

## TABLE DES MATIERES

<b>RESUME</b>	<b>5</b>
<b>CHAPITRE I : INTRODUCTION</b>	<b>7</b>
1. PHILOSOPHIE GENERALE .....	7
2. ADHERENCE ET REPARATION .....	10
3. DEFINITION DES MORTIERS DE REPARATION .....	11
4. BARBOTINE DE CIMENT .....	11
<b>CHAPITRE II : THEORIES DE L'ADHESION APPLIQUEES AUX SUPPORTS POREUX</b>	<b>13</b>
1. INTRODUCTION.....	13
2. MODELE D'ADHESION MECANIQUE .....	14
3. ASPECTS THERMODYNAMIQUES DE L'ADHESION .....	17
3.1. Définitions : notions d'interface et d'interaction .....	17
3.2. Tension interfaciale.....	18
3.3. Mouillabilité et adsorption.....	20
3.4. Hysteresis de l'angle de contact .....	22
4. INTERACTIONS MOLECULAIRES .....	23
4.1. Forces de VAN DER WAALS .....	23
4.2. Liaisons par pont d'hydrogène .....	24
4.3. Conclusions.....	25
5. LIAISONS CHIMIQUES .....	26
6. CONCLUSIONS.....	27
<b>CHAPITRE III : COHESION ET ADHESION DANS LES LIANTS MINERAUX</b>	<b>28</b>
1. INTRODUCTION.....	28
2. ANALYSE DE L'INTERFACE GRANULAT - PATE DE CIMENT .....	28
3. CINETIQUE DE CONTACT ENTRE GRANULATS POREUX ET PATE DE CIMENT .....	32
4. NATURE ET INTENSITE DES LIAISONS DANS LA PATE DE CIMENT .....	32
6. CONCLUSIONS.....	34
<b>CHAPITRE IV : ANALYSE DES PARAMETRES INFLUENCANT L'ADHERENCE</b>	<b>35</b>
1. INTRODUCTION.....	35
2. FACTEURS DEPENDANT DU SUPPORT .....	37
2.1. Rugosité .....	37
2.2. Absorption capillaire et teneur en eau .....	41
2.3. Cohésion superficielle.....	43
2.4. Composition de l'eau interstitielle.....	44
2.5. Module E du béton support.....	44
3. FACTEURS DEPENDANT DE LA COUCHE D'APPORT.....	45
3.1. Cinétique de contact.....	45
3.2. Stabilité dimensionnelle.....	50

4.	ANGLES DE CONTACT ET TENSIONS INTERFACIALES .....	51
4.1.	Introduction.....	51
4.2.	Lois fondamentales et conditions d'étalement .....	51
4.3.	Définitions et expressions analytiques des paramètres interfaciaux .....	52
4.4.	Relations entre adhérence et paramètres thermodynamiques .....	56
4.5.	Procédures d'évaluation des énergies interfaciales .....	57
5.	FACTEURS LIES AUX CONDITIONS D'APPLICATION .....	59
6.	RECAPITULATION DES PARAMETRES.....	61
 <b>CHAPITRE V : CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX D'ESSAIS :</b>		
<b>IDENTIFICATION ET PERFORMANCES</b>		<b>65</b>
1.	INTRODUCTION.....	65
2.	DESCRIPTION DES SUPPORTS D'ESSAIS.....	65
2.1.	Introduction.....	65
2.2.	Caractéristiques du support en béton .....	66
3.	DESCRIPTION DES PRODUITS APPLIQUES .....	74
3.1.	Composition de la barbotine de ciment .....	74
3.2.	Modification de la barbotine de ciment .....	76
4.	DESCRIPTION DES APPLICATIONS .....	78
5.	CONCLUSIONS.....	79
 <b>CHAPITRE VI : ADHERENCE DE LA BARBOTINE SUR SUPPORTS</b>		
<b>MINERAUX</b>		<b>80</b>
1.	INTRODUCTION.....	80
2.	PREPARATION ET REALISATION DE L'ESSAI D'ADHERENCE-TRACTION.....	81
2.1.	Description de l'essai .....	81
2.2.	Modes de rupture .....	81
3.	MESURE DE L'ADHERENCE-TRACTION SUR ROCHE.....	86
4.	MESURE DE L'ADHERENCE-TRACTION SUR MORTIER.....	87
5.	OBSERVATIONS AU MICROSCOPE .....	88
5.1.	Introduction.....	88
5.2.	Résultats des observations et analyse des paramètres sur barbotines non modifiées.....	89
5.3.	Analyse sur lames minces de l'interface avec barbotines modifiées.....	91
5.4.	Analyses au microscope électronique.....	97
6.	ANALYSE EN SURFACE DES MATERIAUX DU SUPPORT .....	101
6.1.	Comptage des éléments supérieurs à 1 mm .....	101
6.2.	Matériaux granulaires de dimensions inférieures à 1 mm .....	103
6.3.	Modélisation de l'interface.....	105
6.4.	Interprétation des résultats .....	105
7.	CONCLUSIONS.....	108
 <b>CHAPITRE VII : QUANTIFICATION DE LA RUGOSITE</b>		<b>111</b>
1.	INTRODUCTION.....	111
2.	ESTIMATION DE LA RUGOSITE PAR METHODE EMPIRIQUE ET OBSERVATIONS AU MICROSCOPE .....	111
2.1.	Essai à la tache de sable.....	111
2.2.	Rugosité linéaire .....	112

3.	ANALYSES PAR PROFILOMETRIE ET SURFOMETRIE .....	113
3.1.	Introduction.....	113
3.2.	Définitions .....	113
3.3.	Appareil électronique à capteur ou profilomètre .....	115
3.4.	Modes de séparation des écarts géométriques .....	116
3.5.	Paramètres d'état de surface.....	116
4.	INTERPRETATION DES RESULTATS D'ESSAIS.....	119
4.1.	Paramètres de mesure .....	119
4.2.	Profilométrie sur dalles.....	120
4.3.	Surfométrie sur dalles.....	124
5.	MODELISATION DE LA SURFACE.....	129
5.1.	Représentation 2D des surfaces sablées et polies .....	130
5.2.	Adaptation du coefficient de WENZEL .....	131
5.3.	Estimation de la longueur effective du profil.....	132
5.4.	Conclusions.....	134
<b>CHAPITRE VIII : DETERMINATION DES GRANDEURS THERMODYNAMIQUES</b>		<b>135</b>
1.	INTRODUCTION.....	135
2.	DETERMINATION DE LA TENSION SUPERFICIELLE DES LIQUIDES .....	135
3.	DETERMINATION DES ANGLES DE CONTACT .....	137
3.1.	Première campagne de mesures .....	138
3.2.	Seconde campagne de mesures.....	139
3.3.	Mesure sur parafilm avec $\alpha$ -bromonaphtalène .....	140
3.4.	Détermination des composantes dispersives et polaires des liquides et des supports.....	141
4.	CALCUL DES PARAMETRES D'INTERACTION .....	143
5.	ANALYSE DES RESULTATS.....	145
5.1.	Traitement statistique des paramètres thermodynamiques .....	145
5.2.	Application du critère de mouillabilité .....	146
5.3.	Application du critère des énergies de surface.....	148
5.4.	Application du critère de l'énergie interfaciale .....	148
5.5.	Application du critère du travail d'adhésion .....	149
5.6.	Le cas du support hydrofuge.....	150
5.7.	Effet de la saturation du support sur les propriétés thermodynamiques .....	151
5.8.	Corrélation entre l'adhérence et les paramètres thermodynamiques.....	153
6.	CONCLUSIONS.....	153
<b>CHAPITRE IX : ANALYSE DES PHENOMENES DE TRANSPORT A L'INTERFACE</b>		<b>157</b>
1.	INTRODUCTION.....	157
2.	LOIS DE TRANSPORT DANS LES BETONS.....	157
2.1.	Transport par diffusion .....	158
2.2.	Transport par perméation.....	164
2.3.	Transport par succion capillaire.....	166
3.	APPRECIATION DU VOLUME DISPONIBLE DANS LA COUCHE SUPERFICIELLE DU SUPPORT EN BETON.....	166

4.	APPROCHES THEORIQUE ET EXPERIMENTALE DE LA REMONTEE CAPILLAIRE.....	169
4.1.	Préparation des échantillons .....	169
4.2.	Mesure de l'absorption par capillarité des barbotines centrifugées.....	170
4.3.	Calcul théorique des remontées capillaires dans le béton.....	174
4.4.	Coefficient de capillarité.....	181
4.5.	Comparaison des dalles sablées et polies.....	182
4.6.	Evolution du rapport E/C dans la barbotine de ciment .....	183
5.	CONCLUSIONS.....	185
	<b>CHAPITRE X : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES</b>	<b>188</b>
	<b>BIBLIOGRAPHIE</b>	<b>192</b>

## RESUME

*"L'essentiel est invisible pour les yeux"*

*Le Petit Prince,  
A. de Saint-Exupéry*

Consacrer son temps à étudier le matériau "béton", voilà qui peut paraître anachronique, voire désuet : en effet, un matériau vieux de plus d'un siècle (sinon de plusieurs siècles si on pense aux Romains), que les ingénieurs utilisent, calculent, mettent en œuvre, coulent, coffrent et ferrailent à longueur de journée, peut-il encore livrer des secrets que nous ne connaissons pas ? La réponse est à la fois oui et non. Non, parce qu'il est clair que nous pouvons donner sans hésiter la résistance en compression, en traction ou le retrait d'un béton de composition donnée. Oui, parce qu'il est beaucoup plus compliqué d'expliquer la cohésion, l'hydratation ou de chiffrer la perméabilité et la durabilité d'un béton. Ce dernier point est essentiel car il ne faut pas oublier que ce qui fait la force du béton, outre son prix, c'est qu'il est un matériau durable. Durable, mais non intemporel : d'autant que les agressions deviennent plus importantes et concentrées, qu'elles trouvent sans cesse de nouvelles formes et de nouveaux moyens de transport.

Le béton n'est pas immuable et indestructible : il vit et par conséquent il faut le protéger, le soigner, le rénover comme toute "chose" vivante.

La philosophie générale de la réparation des ouvrages d'art ainsi que les principaux produits sont définis et décrits dans un premier chapitre. Le deuxième chapitre tente d'appliquer les théories de l'adhésion aux problèmes particuliers des liants hydrauliques et des supports poreux et rugueux. La notion de cohésion est évoquée dans le troisième chapitre, dans la mesure où elle constitue pour nous un processus tout à fait similaire à celui observé dans le cadre restreint de la réparation des bétons par des produits à base de liants hydrauliques. Nous avons réalisé dans le quatrième chapitre l'exercice qui consistait de la façon la plus exhaustive possible à dresser la liste et à classer par catégories l'ensemble des facteurs liés au support, à la couche d'apport et à l'environnement, et qui agissent sur la qualité du lien créé entre le support en béton et le système de réparation.

L'étude de l'interaction du support en béton avec un produit de réparation nécessite bien entendu une connaissance approfondie des propriétés mécaniques, physiques et chimiques des matériaux en présence, ce qui a fait l'objet du cinquième chapitre. Le sixième chapitre a, quant à lui, été consacré à la mesure des propriétés d'adhérence et à la description au microscope des différentes interfaces observées.

Trois paramètres réputés fondamentaux ont été étudiés, dans le but de quantifier leur effet sur l'adhésion et surtout d'analyser leur synergie éventuelle : la préparation de surface, qui définit la rugosité du support et est à la base du mécanisme d'interpénétration (septième chapitre); les propriétés thermodynamiques des phases liquides et solides en présence qui régissent la création et la stabilité de l'interface (huitième chapitre); les phénomènes de transfert à l'interface, en particulier par absorption capillaire et par diffusion, qui contribuent à la qualité et la durabilité des liaisons établies (neuvième chapitre). Pour terminer, les conclusions résument l'ensemble des résultats, avant de lancer quelques pistes pour des travaux de recherche à venir.

L'observation est à la base de toute science : nous avons essayé d'adopter la démarche du naturaliste qui analyse, décrit, représente l'objet de son observation sans interférer, ou à tout le moins en tentant de le faire, sur les phénomènes observés. C'est une façon de travailler peu aisée pour un ingénieur qui, par sa formation, est plus orienté vers l'utilisation de lois ou de modèles et donc la prévision de comportements "a priori" plutôt que l'observation "a posteriori".

Mais c'est aussi ce qui a fait le principal intérêt de ce travail.

# CHAPITRE I

## INTRODUCTION

### 1. PHILOSOPHIE GENERALE

Le rêve (ou l'utopie) de l'homme a été et reste l'accès à l'infiniment grand et l'infiniment petit. Souvent, néanmoins, il doit se contenter de l'infiniment proche et accessible, et élaborer des raisonnements qui lui permettent d'approcher, d'observer et, au mieux, de comprendre un phénomène naturel.

Tous les utilisateurs de liants hydrauliques connaissent les phénomènes de prise et de durcissement : le mélange de liant en poudre et de l'eau forme d'abord une pâte qui peut être moulée puis, sous l'effet des réactions chimiques entre la poudre et l'eau, cette pâte durcit, formant un matériau solide résistant et durable.

Comme le rappelle Jacques BARON<sup>1</sup> dans sa présentation du programme de recherche sur les liants hydrauliques, *"les grandes lignes de ce phénomène, sur lequel repose toute l'industrie du béton, sont connues depuis la fin du XIXe siècle. Pourtant, on ne sait pas encore comment les hydrates s'assemblent, de quels paramètres dépendent la force de leurs liaisons ou la texture de leur assemblage, bref, ce qui décide, au niveau local, de la résistance et de la durabilité du matériau"*.

Pour Henry Le CHATELIER, seule la croissance cristalline peut servir de cadre conceptuel à l'explication de la prise puis du durcissement des liants minéraux : ce sont des matériaux granulaires non cohésifs qui, sous l'action d'un liquide, se transforment en milieux granulaires cohésifs. En des termes plus simples, les poudres deviennent des blocs. Les théories en vigueur avant lui voyaient dans la prise un phénomène apparenté à la gélification des colloïdes, ce qui avait deux corollaires précis et immédiats : le premier est que, par définition même du mot colloïde, le mouvement brownien pourrait être une étape déterminante de la croissance des hydrates ou du moins de leur assemblage. Le second est que, puisque les colloïdes ont un rapport surface/volume élevé, les forces de surface jouent vraisemblablement un rôle essentiel dans la cohésion et les déformations de ces assemblages.

Car finalement, si l'on dit que la prise des liants résulte bien de la croissance des cristaux de silicates de calcium hydratés (et aussi des autres), on ne fait que reculer la résolution du problème de la cohésion d'ensemble : *"pourquoi ces cristaux tiennent-ils ensemble ?"* (Jacques BARON).

---

<sup>1</sup> Contrat de programme de recherche PIRMAT-ATILH *"Matériaux granulaires cohésifs : liants hydrauliques. Appliquer, à la prise des liants, les connaissances scientifiques les plus à jour"* (1994)

Une première réponse serait de dire qu'il y a continuité du réseau cristallin dans tout le système; une deuxième serait de dire que les cristaux, pressés les uns contre les autres en milieu confiné, adhèrent par des forces de surface à courte portée. Une troisième explication pourrait faire appel à des forces de friction suffisamment fortes pour que l'enchevêtrement entre les cristaux devienne pratiquement indéformable. S'agit-il de cohésion, d'adhésion ou de friction intercristalline ?

Nous sommes un peu perplexes face à ces considérations, qui laissent un goût de trop peu car alors, comment expliquer l'adhérence d'un mortier de réparation, même à base de liant hydraulique, sur un support en béton ? Il est impossible de compter sur la continuité (cohésion); l'enchevêtrement des cristaux, frottant et pressés les uns contre les autres, est forcément beaucoup moins probable qu'au sein de la masse du béton. Et pourtant, une bonne réparation peut donner lieu à des contraintes d'adhérence égales, voire supérieures, à des contraintes de rupture dites "en cohésion" dans le béton support.

En fait, la réponse se trouve dans les progrès importants qui ont été faits ces dernières années dans la connaissance des forces de surface en présence de charges électriques et de solvants et notamment, pour ce qui nous concerne, de l'eau.

Pourrait-on déduire de ces raisonnements sur la cohésion des bétons que l'adhérence entre un mortier de réparation et un béton support ne repose que sur des forces "électriques" ?

La théorie de l'adhésion en tant que telle repose sur des piliers plus vastes, classés généralement en deux catégories principales, respectivement l'adhésion mécanique, liée principalement à la rugosité macroscopique et ce qu'il est convenu d'appeler l'adhésion spécifique, interprétée en termes de liaisons chimiques (quand elles existent), d'approche thermodynamique et de forces intermoléculaires (c'est dans cette catégorie que l'on retrouve les forces "électriques").

Dès à présent, il convient de mettre en évidence la dualité de l'approche du phénomène, que l'on retrouve par ailleurs dans la définition du terme adhésion (Derjaguin,...) [34] : *d'un côté, on comprend le mot comme étant un processus au travers duquel deux corps sont mis en présence et attachés (liés) l'un à l'autre, de telle sorte qu'une force extérieure ou un mouvement d'origine thermique est nécessaire pour rompre le lien. C'est cette acception qui est utilisée en théorie colloïdale lorsque l'on parle de phénomènes de coagulation. D'autre part, on peut examiner le processus de rupture d'un lien entre des corps qui sont déjà en contact : la force ou l'énergie nécessaire pour séparer les corps peut être interprétée comme une mesure quantitative de l'intensité de l'adhésion.*

L'adhésion présente donc deux aspects, suivant que l'on s'intéresse aux conditions et à la cinétique de formation du lien entre les corps en présence ou au processus de séparation.

C'est la première approche qui nous est apparue la plus passionnante et intéressante même si, bien entendu, il est nécessaire de caractériser quantitativement le niveau d'adhésion par une mesure d'adhérence. Il est clair également que, chronologiquement, c'est le premier aspect qui préside à la création de l'interface.



Si deux corps, en l'occurrence un support en béton et une couche d'apport, sont capables de s'associer et de s'assembler, c'est parce que des liens se créent : au sens thermodynamique du terme, on peut dire que le travail d'adhésion est plus important que le travail de cohésion dans le matériau de réparation, c'est-à-dire que l'attraction est plus forte que la répulsion.

Si ces liens se créent, c'est qu'il y a une attirance potentielle et réciproque entre les deux corps. La transposition physiologique ou psychologique de ce phénomène pourrait nous faire dire que nous sommes ici devant un cas d'*appétence*.

L'*appétence*<sup>2</sup> est le désir instinctif ou la tendance qui porte<sup>3</sup> vers tout ce qui est propre à satisfaire un besoin ou un penchant naturels (LAROUSSE du XXe siècle, 1928 et ROBERT, 1977). Pour continuer dans le même ordre d'idées, l'appétence est donc la manifestation d'un ensemble de stimuli et de réponses qui influencent l'établissement des relations qui vont se créer.

Dans notre cas, ce terme englobe l'ensemble des propriétés physiques, chimiques et mécaniques du support, de la couche d'apport et de l'environnement, qui vont influencer une manifestation macroscopique de cette attirance, à savoir l'adhérence.

De l'appétence à l'adhérence, il existerait donc une relation de cause à effet : c'est parce qu'il y a une réactivité potentielle des corps mis en présence que l'on va pouvoir mesurer une adhérence significative par un essai de traction ou de traction-cisaillement. Toutefois, si nous pouvons mettre en évidence la cause et l'effet, il y a encore une étape intermédiaire et fondamentale à investiguer : quels sont réellement les liens qui se créent au niveau atomique, moléculaire ? Quelles sont les forces d'attraction-répulsion qui entrent en jeu et quelle est leur intensité ? Quelle est la cinétique du phénomène de mise en contact et quelle est son influence sur l'adhésion ? La notion d'*adhésion* englobe ces phénomènes que nous pourrions qualifier de "microscopiques" : sans appétence, il n'y a pas d'adhésion; sans adhésion, il n'y a forcément pas d'adhérence.

L'adhésion est donc un reflet du travail qu'il faut fournir pour séparer le substrat de la couche d'apport et dépend des propriétés thermodynamiques des matériaux durcis; l'appétence étudie plutôt l'ensemble des propriétés pour que le joint se crée dans les meilleures conditions, et notamment, les propriétés thermodynamiques du liquide (adhésif) appliqué sur le support.

C'est cette trilogie qui sera décrite et expliquée autant que possible dans ce travail. Il est aussi utile de rappeler que l'appétence n'est pas qu'une vision intellectuelle des choses puisqu'elle est finalement microscopiquement *observable* et macroscopiquement *mesurable*. Elle est à la base des techniques et produits utilisés dans le cadre de la réparation des ouvrages en béton, comme elle l'est encore plus fondamentalement peut-être dans le phénomène de cohésion des bétons et d'adhésion de tout adhésif sur un support.

---

<sup>2</sup> du latin *appetentia*; de *appetere*, désirer

<sup>3</sup> l'appétence est donc bien un phénomène de transport

## 2. ADHERENCE ET REPARATION

Nous pouvons d'emblée affirmer que, sans adhérence, la réparation des ouvrages en béton n'est pas possible. Que ce soit au niveau de l'injection de fissures, de la réparation de l'épaufrage et de la désagrégation ou encore du renforcement des structures par collage de plats métalliques, c'est l'adhésion qui va influencer la qualité du travail et la résistance des joints créés.

Étymologiquement, adhérer signifie "*tenir fortement à une chose*", tandis que réparer (latin *reparare*; de *re* et du latin *parare*, préparer) reprend bien la notion de recommencement, de nouveau départ : c'est en quelque sorte comme si on construisait du nouveau. Un certain nombre d'auteurs font la distinction entre différentes sortes d'interventions [100] :

- réparation : remise en état d'un élément ou d'un ouvrage dégradé;
- restauration : rétablissement de l'ouvrage à son état originel avant sa mise en service;
- renforcement : ensemble des travaux visant à préparer l'ouvrage à une exploitation plus intensive, tenant compte des sollicitations mécaniques, thermiques ou chimiques.

La rénovation des bâtiments ou ouvrages du génie civil peut revêtir une ou plusieurs des opérations citées ci-dessus.

Notre intérêt se portera d'avantage sur la réparation que sur le renforcement, dans la mesure où, d'une part, le renforcement est une technique moins courante et, ensuite, parce qu'elle nécessite dans la plupart des cas l'emploi de liants résineux réactifs ou non pour lesquels les mécanismes d'adhésion ont déjà été largement décrits par ailleurs (voir notamment [10], [13], [19], [54]).

L'analyse des documents d'adjudication ou des cahiers des charges émis par la plupart des administrations ayant la gestion de bâtiments ou ouvrages de génie civil dans leurs attributions – Ministère Wallon de l'Équipement et des Transports, Department van Leefmilieu en Infrastructuur, Régie des Bâtiments, Services Techniques Provinciaux,... - montre clairement que la plupart des travaux de réparation sont relatifs à des opérations de ragréage : l'opération de ragréage [102] consiste à remplir les vides et à remplacer le béton déficient ou de qualité moindre par du mortier présentant les qualités requises. Ces dégradations ou défauts sont en général dus à une mise en œuvre ou un comportement déficient du béton, ou à des sollicitations mécaniques, physiques ou chimiques pour lesquelles le matériau n'est pas ou plus adapté. Mais la cause (ou la conséquence) essentielle de la dégradation reste, dans 90 % des cas, la corrosion des armatures : en effet, l'acier se corrode à cause de la mauvaise qualité du béton ou d'un trop faible recouvrement, et le béton se dégrade à cause de l'expansion de la rouille.

La réparation des bétons ainsi que la réalisation d'enduits de protection nécessitent donc une bonne connaissance des lois qui régissent l'adhésion (et, *ibidem*, la cohésion) et, d'une façon générale, de toutes les forces – physiques, chimiques, environnementales, mécaniques,... - qui vont influencer l'établissement du contact entre le support et le produit de réparation.

### 3. DEFINITION DES MORTIERS DE REPARATION

A partir des différents constituants décrits ci-après, nous distinguons, outre le support en béton, trois types de mortiers :

- les mortiers à base de ciment (Cement Concrete - type CC), dont le liant est à base de ciment et qui contient, outre des granulats, des adjuvants ou des fibres;
- les mortiers à base de résine (Polymer Concrete - type PC), dont le liant est cette fois à base de résine réactive;
- les mortiers à base de liants hydrauliques modifiés (Polymer Cement Concrete - type PCC) dont le liant est à base de ciment, modifié à l'aide de liants polymériques réactifs ou non. La teneur en polymères est de l'ordre de 5 à 20 % de la teneur en ciment.

Notons que la mise en oeuvre des trois types de mortiers peut supposer l'application préliminaire d'une couche d'accrochage, appelée *couche d'imprégnation (mortier PC) ou barbotine d'accrochage (mortier PCC ou CC)*.

Enfin, signalons que les liants résineux non réactifs peuvent être incorporés, soit sous forme d'émulsions aqueuses (mortiers bicomposants), soit sous forme de poudre redispersable (mortiers monocomposants, auxquels il suffit d'ajouter une certaine quantité d'eau).

### 4. BARBOTINE DE CIMENT

Le but de l'utilisation d'une barbotine d'accrochage dans la mise en oeuvre d'un système de réparation est d'assurer un meilleur accrochage du mortier sur le béton support, par création d'une couche riche en liant et donc susceptible d'assurer plus de liaisons et des liaisons plus fortes avec le béton support d'une part, et avec le mortier de réparation d'autre part.

C'est le même principe qui est à la base de l'emploi du mortier ou béton projeté par voie sèche : lors de la projection, la couche en contact avec le support est riche en liant car les granulats et les grains de sable, possédant une énergie cinétique plus grande, rebondissent sur le support, jusqu'à ce que la couche de liant soit suffisamment épaisse pour amortir leur impact. Une couche riche en liant permet une meilleure pénétration dans le support, car constituée d'éléments de granulométrie plus fine que les sables et, a fortiori, les granulats. Elle présente également une viscosité moindre que le mortier et le béton, et pourra donc pénétrer plus loin dans les capillaires de surface du support en béton. A cela s'additionne à nouveau l'effet de l'énergie cinétique des plus gros granulats qui "poussent" littéralement la pâte de ciment dans les trous et anfractuosités de surface.

Le guide d'agrément G0007 relatif aux mortiers de ragréage à base de liants hydrauliques [102] fait allusion à la barbotine (§ 2.3., page 8) comme *constituant éventuel du système de réparation destiné à améliorer l'adhérence du mortier au support*.

Mais c'est au fabricant ou à l'entrepreneur de prévoir ou non cette couche intermédiaire qui est souvent considérée comme inutile et donc coûteuse; d'autre part, la multiplication des produits à mettre en œuvre sur site peut conduire à des erreurs dans l'ordre d'application, les temps d'exécution ou les dosages lorsque le personnel est peu ou pas qualifié.

La barbotine reste néanmoins un élément essentiel d'adhérence : lorsque nos anciens réalisaient des enduits, que ce soit à base de chaux aérienne ou hydraulique, ou encore de ciment naturel, ils veillaient à respecter le principe de la "densité décroissante" du support vers l'extérieur. Partant des gobetis<sup>4</sup>, jusqu'au revêtement final, la teneur en liant décroît ou le liant est modifié de façon à obtenir des couches de plus en plus déformables, car devant reprendre les déformations éventuelles dues à des effets environnementaux extérieurs (dilatations thermiques, hygrométriques,...).

Le ciment (du latin *coementum*, mortier, liant des maçonneries) reste quant à lui le liant par excellence dans l'industrie de la construction et du génie civil : avec une production annuelle en Belgique avoisinant les 7,5 millions de tonnes et une consommation annuelle de l'ordre de 560 kg/habitant, on le retrouve à tous les niveaux, y compris dans le domaine de la réparation. Car quoi de plus logique que de réparer avec un matériau dont les caractéristiques sont similaires.

Rappelons que la Belgique est un pays riche dans le domaine de la production des liants hydrauliques et des bétons : gisements de calcaire propres à la production de ciment, carrières pour granulats, production de chaux et de plâtres,... et finalement l'eau qui intervient pour une part importante et évidemment essentielle dans les mélanges. Tous les éléments sont réunis pour développer une industrie forte et rentable, soutenue par une recherche fondamentale et appliquée qui a parfois tendance à être oubliée ou négligée, à cause sans doute de la banalisation du produit "béton".

Ce sont ces multiples raisons qui nous ont poussés à nous intéresser à la barbotine de ciment, comme couche d'accrochage entre les mortiers de réparation et le support en béton.

Mais avant toute chose, il convient de définir les principes qui régissent les phénomènes physico-chimiques de l'adhésion. Partant des théories générales, nous avons essayé de les appliquer ou de citer des exemples relatifs au problème de l'adhésion des liants hydrauliques.

---

<sup>4</sup> terme "régional" utilisé pour désigner une couche riche en liant, servant d'accrochage pour application de revêtement à base de chaux ou de plâtre.

## CHAPITRE II

### THEORIES DE L'ADHESION APPLIQUEES AUX SUPPORTS POREUX

#### 1. INTRODUCTION

L'appétence que la barbotine de ciment développe vis-à-vis du support en béton, jusqu'à adhérer sur celui-ci, implique la mise en jeu des forces qui assurent la stabilité de l'interface ainsi créée.

Le but fondamental de l'ingénieur qui utilise des polymères dans le béton est l'amélioration de l'adhésion et peut-être surtout de la durabilité de l'adhésion. Cela implique une bonne connaissance des forces qui interviennent lorsqu'un contact se produit entre deux phases. Et ces forces se réduisent finalement (à l'exception des forces purement mécaniques qui ressortissent d'une étude macroscopique) à des interactions moléculaires, de nature physico-chimique.

Nous avons déjà signalé que les polymères n'intervenaient pas dans notre étude : il est clair que les principes, établis le plus souvent par d'autres auteurs dans le cadre de l'application de matériaux dans lesquels on retrouve des liants polymériques, donnent des informations utiles en toute généralité.

C'est donc dans le cadre plus général du collage que sont nées plusieurs théories tendant à expliquer l'adhésion. Faisons toutefois attention que l'inconvénient d'une théorie est qu'elle tend, par elle-même, à vouloir appliquer le même traitement à tous les cas [38] : un support poreux va engendrer des phénomènes supplémentaires et différents de ceux observés sur les matériaux (non poreux) étudiés dans le cadre de ces théories.

Les conditions de création de l'interface définissent l'*appétence*; il semble que, par la suite, un certain nombre de phénomènes renforcent ou affaiblissent la liaison, aboutissant à la notion très subjective de "bonne" ou "mauvaise" adhérence.

Les développements récents permettent de classer les mécanismes d'adhésion pouvant se développer entre deux phases en :

- effets de l'interpénétration mécanique;
- adhésion spécifique.

L'adhésion spécifique est généralement interprétée en termes de

- forces intermoléculaires (physique);
- approche thermodynamique;
- liaisons chimiques.

La Figure 1 ci-après présente l'évolution et les bases de ces différentes théories.

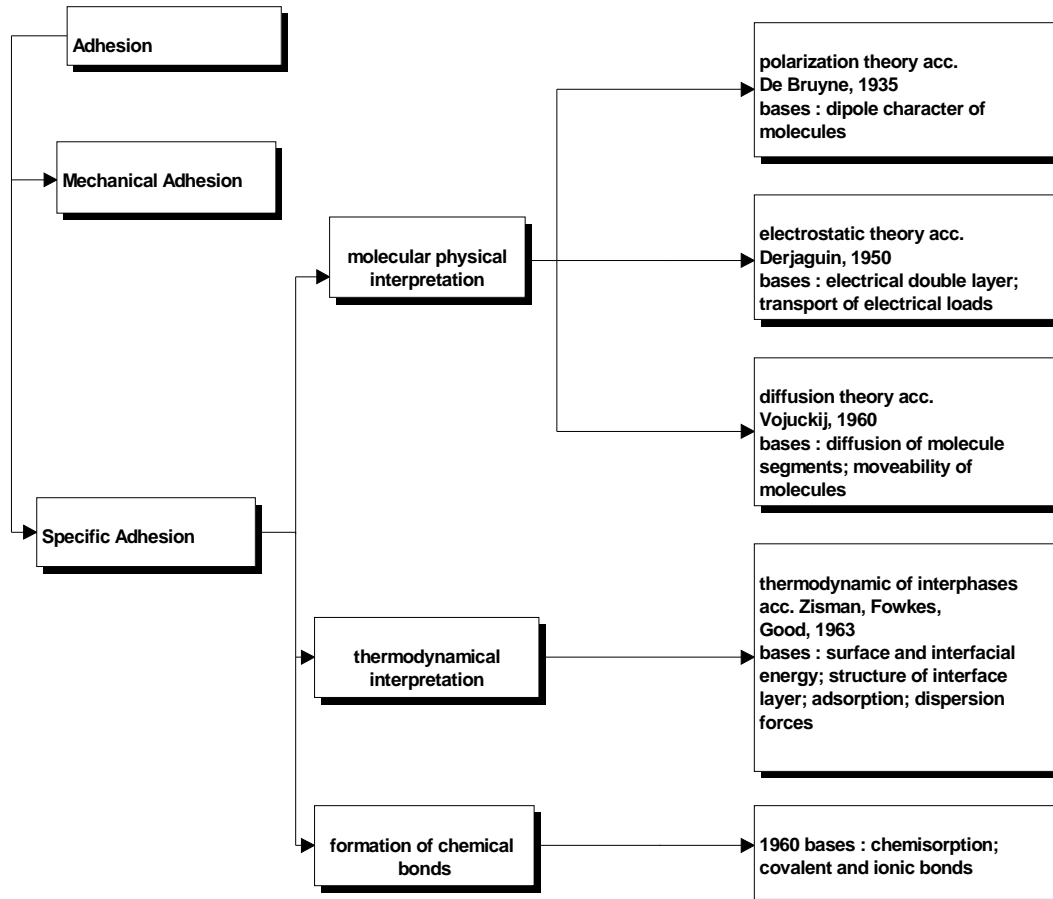


Figure 1 : théories et bases de l'adhésion [8]

Nous allons envisager ces différents mécanismes, dans l'optique de l'étude de l'interface entre un béton support et une couche d'apport constituée d'un liant hydraulique à base de ciment.

Les détails et caractéristiques propres des produits utilisés seront repris dans les chapitres V et VII; l'important étant, dans le cadre de cette première approche, de voir quelles sont "les forces motrices en présence".

## 2. MODELE D'ADHESION MECANIQUE

L'idée du modèle d'adhésion mécanique est que l'adhésif liquide pénètre dans les pores de la phase solide, l'adhérence étant assurée après maturation par l'effet d'interpénétration mécanique.

L'effet d'un traitement de surface du béton peut résulter en diverses configurations que l'on peut résumer comme suit :

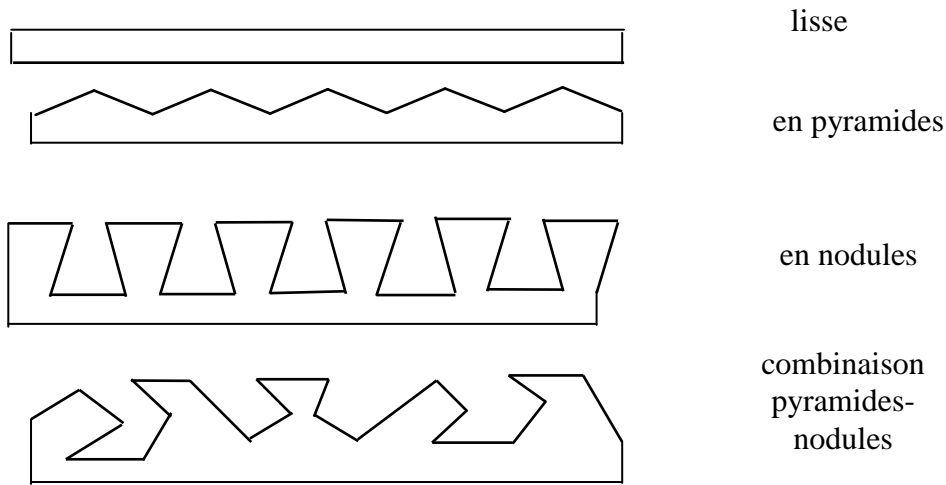


Figure 2 : modèles de configuration de surface de béton traitée

Chaque configuration doit être définie par l'amplitude, la période, l'angularité qu'elle présente. Il est clair que plus la configuration est élaborée (pyramides-nodules), meilleure sera l'interpénétration, mais plus grand sera le risque d'observer la présence éventuelle de bulles d'air "coincées" dans les trous.

On peut ainsi définir une surface réelle (plutôt qu'une surface géométrique qui ne tient pas compte de la configuration réelle) qui, pour un support en béton, peut être caractérisée par la notion de surface spécifique.

Néanmoins, cette notion reste insuffisante pour caractériser l'interface et il est nécessaire d'introduire la notion de surface effective qui représente dans de nombreux cas une partie seulement de la surface réelle.

Elle s'exprime comme la somme de surfaces de contact individuelles, dépendant de nombreux paramètres "externes" au modèle mécanique et liés notamment aux énergies de surface, à la cinétique de contact.

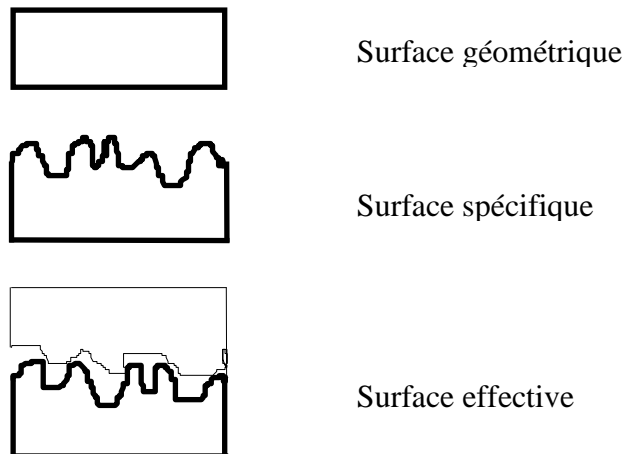
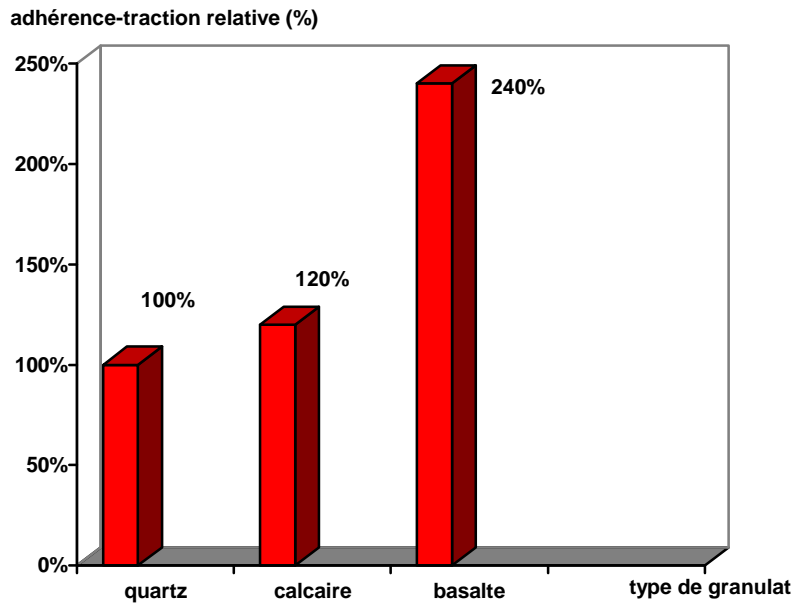


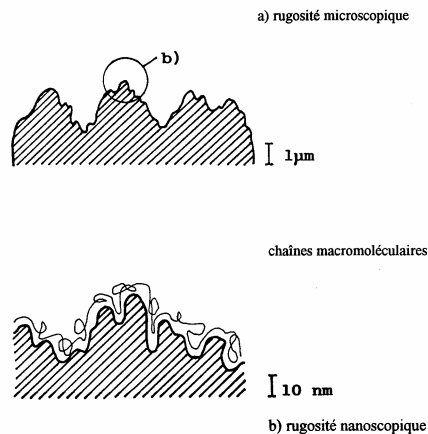
Figure 3 : schéma représentant les surfaces géométrique, spécifique et effective

Néanmoins, l'interpénétration mécanique dans le domaine des rugosités mesurables (échelle microscopique) ne permet pas d'expliquer certaines adhésions élevées sur des plaques de verre ne présentant pratiquement aucune porosité ou sur des interfaces résine époxy / granulats, présentant la même rugosité moyenne [8,6].



*Figure 4 : adhérence-traction relative, entre un revêtement époxy et différents granulats [8]*

Nous pouvons donc suspecter l'existence de rugosité submicroscopique, dans l'échelle des nanomètres, c'est-à-dire des macromolécules. Cette vision des choses, à laquelle s'ajoutent des considérations liées aux forces d'attraction, peut expliquer ce genre de mécanismes.



*Figure 5 : profondeurs de rugosité de surfaces solides et effet d'interpénétration [8]*



La notion de surface effective vaut donc la peine d'être étudiée, d'autant plus que, dans le domaine de la construction, la préparation des bétons par sablage, hydro-sablage, bouchardage, ... est une opération importante - ou estimée comme telle - pour assurer la qualité d'un travail.

L'interpénétration mécanique assure un rôle important d'ancrage mécanique et la surface spécifique complète cet effet positif en augmentant le nombre de sites potentiels d'interaction entre substrat et adhésif.

Enfin, la porosité du support en surface doit permettre une meilleure pénétration de l'adhésif à l'intérieur du béton (par succion capillaire par exemple) et permettre la création éventuelle d'ancrages chimiques. Nous voulons parler ici d'une rugosité qui ne peut être mesurée que par appréciation du squelette poreux du matériau en surface, au moyen des techniques de porosimétrie au mercure ou par analyse d'images sur lames minces par exemple.

Le vocabulaire fait ici défaut et, en l'absence de termes plus adéquats, nous préférons parler de porosité superficielle. Nous rencontrerons à nouveau ce problème au moment où nous allons réaliser l'analyse de l'état de surface du support pour les méthodes de profilométrie ou de surfométrie. Les techniques étant empruntées aux mécaniciens, il sera utile de redéfinir les notions de rugosité et d'ondulation.

### 3. ASPECTS THERMODYNAMIQUES DE L'ADHESION

#### 3.1. Définitions : notions d'interface et d'interaction

La thermodynamique a pour buts l'étude et la discussion de systèmes physiques et chimiques contenant un très grand nombre de particules, atomes ou molécules. L'étude de tout phénomène doit commencer par la séparation dans notre esprit d'une certaine région de l'espace ou d'une portion de matière, constituant le système étudié, d'une part, et de tout ce qui l'entoure et forme son environnement, d'autre part. Ces considérations nous amènent à définir le système qui nous occupe, à savoir l'interface. L'interface est la frontière, la zone de transition entre deux phases  $\alpha$  et  $\beta$ <sup>5</sup> homogènes.

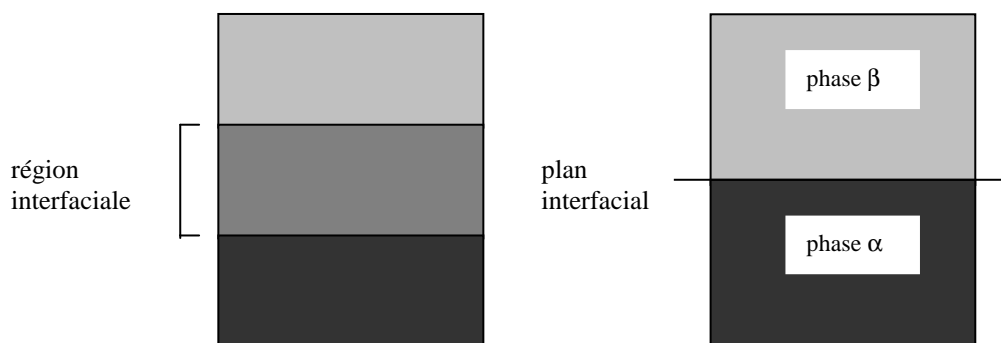


Figure 6 : interface entre un liquide ( $\alpha$ ) et sa vapeur ( $\beta$ )

<sup>5</sup> Les phases  $\alpha$  et  $\beta$  sont sensées représenter, dans notre esprit, le béton support et la couche d'apport.

Cette zone de transition est-elle un plan ou s'étend-elle sur une profondeur importante ? Si on considère les forces d'attraction et de répulsion entre molécules neutres (non ionisées) ou entre atomes neutres (forces de VAN DER WAALS), on constate qu'elles sont à très court rayon d'attraction.

Si on avait affaire à un solide ionique (par exemple NaCl), le rayon d'action deviendrait plus important car les forces de COULOMB sont proportionnelles à l'inverse du carré de ce rayon d'action.

Ce rayon d'action définit autour d'une molécule un champ de force ou une sphère d'attraction dont la résultante varie en fonction de la position de la molécule : dans le volume du liquide (ou du solide), la résultante des forces d'interaction est nulle par symétrie, tandis que lorsque l'on se rapproche de la surface, l'équilibre des forces n'est plus satisfait et la molécule est attirée vers l'intérieur du liquide (solide).

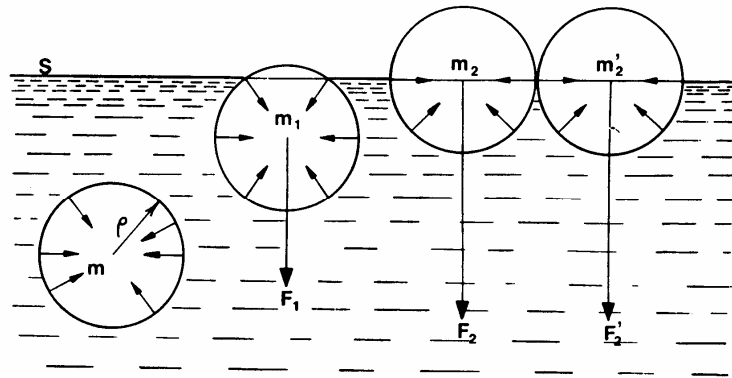


Figure 7 : attraction des molécules en volume et en surface [106]

L'épaisseur de la zone où les forces ne sont pas balancées est de l'ordre de la distance d'interaction des forces intermoléculaires  $R$  qui constitue la couche interfaciale; cette épaisseur est estimée à  $10 \text{ \AA}$  pour l'interface liquide-gaz.

### 3.2. Tension interfaciale

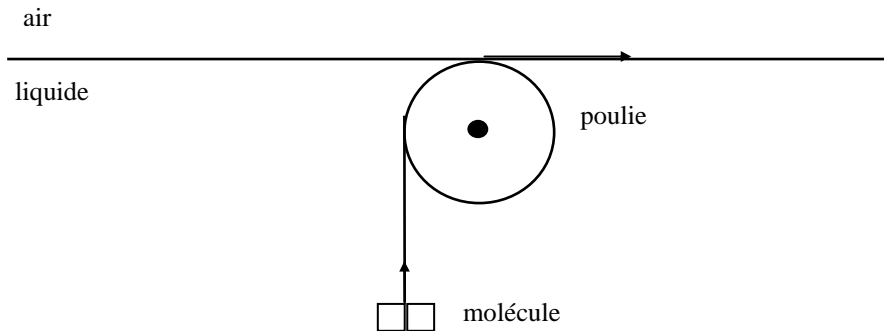
La tension interfaciale est donc une force qui trouve son origine dans l'asymétrie des forces intermoléculaires en surface; elle induit une contraction spontanée de la surface en agissant parallèlement à la surface et s'oppose à toute augmentation de celle-ci (comme une membrane élastique qui tend à se contracter).

Nous avons :

$$\gamma = \frac{\text{force}}{\text{unité de longueur}} \quad (\text{N/m})$$

On pourrait aussi exprimer cette grandeur à partir de la notion de travail réversible qu'il faut fournir pour augmenter l'aire de la surface du liquide; c'est finalement le travail à produire pour écarter les molécules de surface et amener des molécules du volume en surface.

$$\gamma = \frac{\text{travail}}{\text{surface}} \quad (\text{J/m}^2)$$



**Figure 8 : analogie mécanique pour la tension interfaciale**

Ce travail est à mettre en relation avec l'enthalpie libre de surface qui, dans le cas d'un système à température, pression et composition chimique constantes, est liée à la tension interfaciale par la relation :

$$\gamma = \left( \frac{\partial G}{\partial A} \right)_{P, T, n}$$

Cette relation exprime simplement le fait que, pour former une surface (A), il faut fournir de l'énergie car l'énergie interne (enthalpie G) des molécules en surface est plus grande que celle des molécules en volume.

La condition d'existence et donc de stabilité de l'interface entre deux phases  $\alpha$  et  $\beta$  est que le travail utile minimum (réversible) :

$$\Delta G > 0$$

c'est-à-dire que la tension interfaciale  $\gamma_{\alpha\beta}$  soit supérieure à 0.

En fait, cette relation n'est valable que pour un système à un composant pur, sans adsorption à l'interface, en supposant que l'on se trouve à l'équilibre.

Si on coupe une surface solide, les atomes et les molécules ayant beaucoup moins de mobilité que dans un liquide, l'interface ne se trouve pas dans un état d'équilibre thermodynamique et il faut ajouter à la définition de la tension interfaciale un terme qui en tient compte :

$$\gamma = G^\sigma + A \left( \frac{\partial G}{\partial A} \right)_{P, T}$$

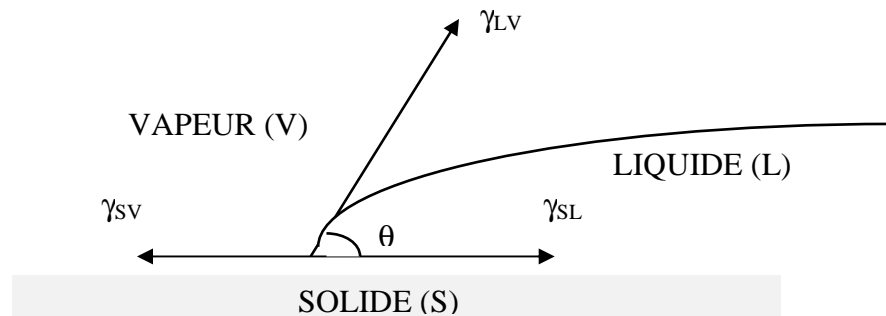
avec  $G^\sigma = \frac{\Delta G}{2}$  = travail requis pour opérer le clivage.

La formation et la stabilité de l'interface entre une phase liquide - dans notre cas une barbotine de ciment -, et une phase solide - le béton support - peuvent être analysés à partir de cette notion de tension interfaciale qui est un reflet des forces d'interaction entre les atomes et les molécules mis en contact.

### 3.3. Mouillabilité et adsorption

La surface effective, définie précédemment comme le résultat de la somme des surfaces de contact individuelles, est conditionnée par le mouillage de cette surface par le liquide. La mouillabilité exprime la facilité avec laquelle ce liquide va s'étaler sur la surface.

La relation entre l'angle de contact, qui permet d'apprécier la mouillabilité, et les énergies libres de surface des phases solides, liquides et vapeurs, est définie dans la loi de YOUNG-DUPRE :



**Figure 9 : mouillabilité d'une surface solide par un liquide – équation de YOUNG-DUPRE**

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

dans laquelle  $\gamma_{sv}$  est l'énergie libre de surface solide/vapeur  
 $\gamma_{sl}$  est l'énergie libre de surface solide/liquide  
 $\gamma_{lv}$  est l'énergie libre de surface liquide/vapeur.

L'explication de la procédure de mouillage (Figure 10) [8] [34] [73] se base sur le fait que les tensions superficielles des phases liquide et solide interagissent l'une avec l'autre et que les conditions d'équilibre changent dans la mesure où des surfaces diminuent (entre phases solide / vapeur et phases liquide / vapeur) tandis que d'autres (liquide / solide) apparaissent. Nous avons vu que les molécules en surface sont attirées vers le centre de l'édifice mais aussi, lorsqu'elles sont proches de la surface solide, par des forces d'attraction : ceci signifie que les molécules en surface ont une énergie libre plus grande que celles se trouvant à l'intérieur.

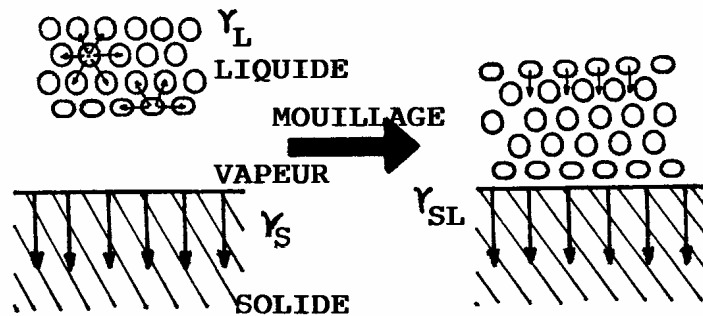


Figure 10 : procédure de mouillage d'une surface solide par un liquide

En fait, il faudrait considérer que la surface du solide est recouverte d'un film de vapeur du liquide au moment où l'étalement du liquide se produit. La grandeur  $\gamma_{SV}$  correspond à cette tension superficielle du solide recouvert de ce film, et on a :

$$\gamma_S - \pi_e = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta$$

dans laquelle  $\pi_e$  est la pression de vapeur.

Cependant, lorsqu'un liquide est mis en contact avec une surface solide de "basse énergie" (solides où seules entrent en jeu les forces de dispersion dites de LONDON et non les forces polaires<sup>6</sup>), la tension superficielle du solide considéré  $\gamma_S$  n'est pas affectée par la présence du liquide (par exemple dipôles induits).

En supposant que les seules forces qui agissent à l'interface liquide / solide - c'est-à-dire qui régissent l'attraction du liquide par le solide et du solide par le liquide - sont des forces de dispersion, nous pouvons estimer que la tension dans le liquide sera égale à l'énergie de surface du liquide, diminuée d'une certaine valeur due à la contribution des forces de dispersion du solide. Il en sera de même pour le solide et nous pouvons écrire :

$$\gamma_L - \sqrt{\gamma_L^d \cdot \gamma_S^d} \quad \text{pour la région de l'interface liquide}$$

$$\gamma_S - \sqrt{\gamma_S^d \cdot \gamma_L^d} \quad \text{pour la région de l'interface solide}$$

dans laquelle  $\gamma_x^d$  est la composante dispersive de la tension superficielle de la phase x.

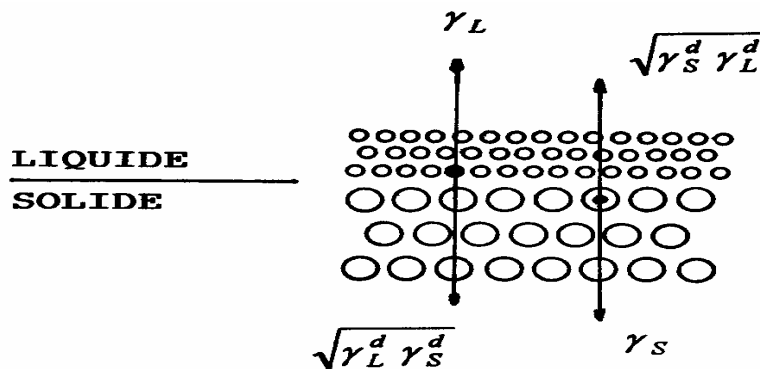


Figure 11 : forces s'exerçant à l'interface solide / liquide

<sup>6</sup> ces notions seront définies exactement dans la suite du chapitre

La tension interfaciale est la somme de ces deux contraintes :

$$\gamma_{SL} = \gamma_S + \gamma_L - 2 \sqrt{\gamma_L^d \cdot \gamma_S^d}$$

En intégrant la valeur de  $\gamma_{SL}$  dans l'équation de YOUNG-DUPRE on trouve :

$$\gamma_L (1 + \cos \theta) = 2 \sqrt{\gamma_L^d \cdot \gamma_S^d}$$

### 3.4. Hysteresis de l'angle de contact

Les équations de YOUNG et DUPRE ont été établies dans l'hypothèse d'une surface parfaitement plane. Différentes perturbations peuvent être observées; elles sont dues principalement à 3 causes :

- la rugosité à une échelle beaucoup plus grande que le diamètre des molécules. Cette rugosité est celle que l'on observe notamment à la surface d'un béton préparé par des techniques de sablage.

WENZEL a essayé de quantifier cet effet de rugosité en définissant un "facteur de rugosité  $r_f$ " défini par le rapport :

$$r_f = \frac{\text{surface réelle (spécifique)}}{\text{surface géométrique}}$$

et complété l'équation de YOUNG et DUPRE en introduisant la correction suivante :

$$\cos \theta_f = r_f \cos \theta_s$$

où  $\theta_f$  et  $\theta_s$  représentent respectivement les angles de contact sur support rugueux et sur support lisse.

Si sur une surface lisse,  $\theta_s$  est plus petit que  $90^\circ$ , une augmentation de la rugosité de surface (donc de  $r_f$ ) va entraîner un  $\theta_f$  encore plus petit : cela signifie une augmentation de la tension superficielle apparente du solide et donc une amélioration de la mouillabilité. Par contre si, pour une surface lisse,  $\theta_s$  est plus grand que  $90^\circ$ , rendre la surface plus rugueuse entraînera théoriquement une augmentation de  $\theta_f$ ;

- la présence de cavités, allant des capillaires aux structures plus ouvertes qui peuvent jouer tantôt un rôle positif, tantôt un rôle négatif. En effet, la présence de cavités trop importantes, en combinaison avec une phase liquide trop visqueuse, peut amener la formation de poches d'air à l'interface, qui constituent, du point de vue technologique, une des causes fondamentales de la formation d'interfaces défectueuses. L'effet de l'inclusion d'air sur le mouillage est décrit par la relation suivante :

$$\cos \theta_{ab} = A_a \cdot \cos \theta_a + A_b \cdot \cos \theta_b$$

valable pour un solide composé de deux phases a et b, avec des pourcentages de surfaces correspondants  $A_a$  et  $A_b$ . Supposant que la phase b représente les pores ou cavités remplies d'air, l'angle de contact va atteindre à cet endroit une valeur de  $180^\circ$  (car il n'y a pas de mouillage) et la formule (5) prend la forme :

$$\cos \theta_{ab} = A_a \cdot \cos \theta_a - A_b$$

L'angle de contact  $\theta_{ab}$  ne pourra diminuer que si le liquide est capable de repousser l'air et de pénétrer dans les pores.

D'un autre côté, un liquide suffisamment fluide pourra épouser la surface des cavités et pénétrer dans les pores, augmentant par-là même la surface effective de contact et donc l'adhésion ;

- l'absence d'homogénéité énergétique de la surface (différences de polarité dues à la présence de molécules ou d'atomes différents sur la surface) peut également provoquer un hystérésis dans la mesure des angles de contact, par déformation de la bulle liquide : il s'agit en quelque sorte d'une rugosité submicroscopique.

Ces paramètres conditionnent directement l'appétence du liquide pour le solide car ils interviennent aussi bien au niveau de la mouillabilité que de la surface effective.

#### 4. INTERACTIONS MOLECULAIRES

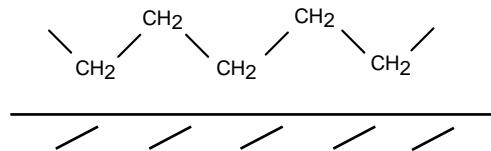
Les théories moléculaires de l'adhésion sont basées sur l'idée que des forces intermoléculaires et interatomiques peuvent affecter l'adhésion entre des phases différentes. L'effet de ces forces de liaison est basé sur la formation de champs électriques. L'orientation de ces champs, leur intensité, leur distance permettent de les classer en 2 catégories fondamentales :

- les forces de VAN DER WAALS :
  - les forces de dispersion (forces de LONDON);
  - les dipôles induits (forces de DEBYE);
  - les dipôles permanents;
- les liaisons par pont d'hydrogène.

##### 4.1. Forces de VAN DER WAALS

###### 4.1.1. FORCES DE DISPERSION (FORCES DE LONDON)

Elles sont le résultat d'une interaction entre le mouvement désordonné des électrons des deux corps en présence. C'est le cas par exemple des forces d'attraction entre un polymère apolaire (le polyéthylène) et une surface métallique.

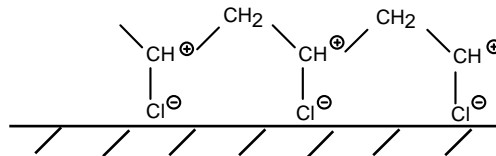


*Figure 12 : film de polyéthylène au voisinage d'une surface métallique*

Ces forces agissent d'une manière absolument générale entre les molécules et les atomes : elles n'ont pas d'orientation privilégiée et s'exercent sur des distances relativement longues [38].

#### 4.1.2. FORCES POLAIRES

Si on remplace dans le polyéthylène un hydrogène par un chlore, on obtient en PVC qui possède un dipôle, le carbone étant chargé positivement et le chlore négativement.



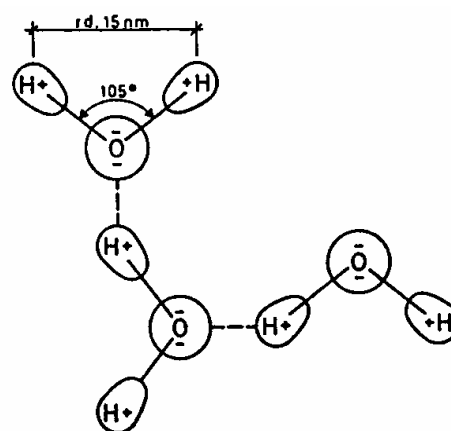
*Figure 13 : illustration des dipôles induits à l'interface entre le PVC et une surface métallique*

Un autre type de forces s'ajoute donc aux forces de dispersion toujours présentes : c'est l'effet d'induction ou de DEBYE. Le moment dipolaire du PVC induit l'apparition de charges sur la surface du métal et il s'ensuit une attraction supplémentaire entre la molécule et la surface. Cette attraction est basée sur une différence d'électronégativité entre les atomes, une augmentation de cette différence donnant naissance à une liaison plus polaire. On peut aussi observer dans certains cas l'interaction due à la présence de dipôles permanents.

#### 4.2. Liaisons par pont d'hydrogène

Si on remplace la surface métallique par un matériau possédant un édifice ionique comme le verre ou l'alumine, des effets dipôle - dipôle prennent naissance : il y a orientation et attraction mutuelle de l'adhérent et de l'adhésif.

Un cas particulier de l'interaction dipôle - dipôle est ce que l'on appelle la liaison hydrogène : l'atome d'hydrogène électropositif est lié aux deux oxygènes électronégatifs de deux molécules différentes.



*Figure 14 : représentation d'une liaison par pont d'hydrogène entre deux molécules d'eau*

L'énergie de ces liaisons hydrogène est plus forte que celle des 3 interactions précédentes.



### 4.3. Conclusions

L'importance relative de ces forces de VAN DER WAALS varie avec la nature des composés. Elle a pu être calculée pour un certain nombre de composés simples.

*Tableau 1 : contribution des forces de VAN DER WAALS*

Composé	Interaction moléculaire due aux forces (%)		
	de dispersion	d'induction	d'orientation
CO	99,9	0,1	0
HCl (très polaire)	81,5	4,2	14,3
H <sub>2</sub> O (liaisons H)	19,1	4	76,9

Ainsi, à l'exception des molécules très polaires comme HCl ou des molécules liées fortement par des liaisons H, la cohésion des matériaux s'explique essentiellement par l'action des forces de dispersion. Lors du contact de deux matériaux différents, il doit en être de même et ce sont surtout les forces de dispersion qui expliquent l'adhésivité de deux matériaux non polaires.

*Tableau 2 : énergies de liaison des forces de liaisons secondaires [23]*

Liaison secondaire	Energie de liaison (kJ/mole)	Adhésion théorique (N/mm <sup>2</sup> )	Adhérence technique (N/mm <sup>2</sup> )
Dipôles permanents	≤ 20	200 – 1750	15 – 20
Dipôle induit	≤ 2	35 – 300	15 – 20
Forces de dispersion	0,1 – 40	60 – 360	15 – 20
Liaison H	≤ 50	500	15 – 20

Ce tableau montre à tout le moins que les forces de VAN DER WAALS ont une intensité suffisante pour expliquer l'adhérence et qu'il n'est pas nécessaire que des liaisons "chimiques" s'établissent entre les deux matériaux.

D'autres théories existent (théorie électrostatique, théorie de la diffusion,...) mais elles sont pour la plupart d'entre elles inadaptées au problème des supports à base de liants hydrauliques.

## 5. LIAISONS CHIMIQUES

Ces liaisons chimiques mettent en oeuvre des énergies beaucoup plus grandes que les précédentes.

On peut les classer en trois catégories :

- les liaisons covalentes, qui font intervenir un échange des électrons périphériques de deux atomes : ce sont elles qui assurent la solidité de la chaîne carbonée d'un polymère;
- les liaisons ioniques, formées par l'attraction mutuelle d'ions, c'est-à-dire d'atomes chargés alternativement positivement et négativement (exemple :  $\text{Na}^+ \text{Cl}^-$ );
- les liaisons métalliques où, schématiquement, les atomes de métal baignent dans le nuage de leurs électrons périphériques, nuage qui peut se déplacer rapidement sous l'influence d'un courant.

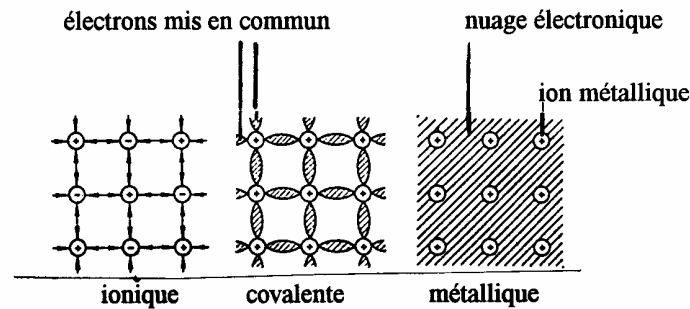


Figure 15 : représentation des types de liaisons chimiques [8]

Comme déjà mentionné par ailleurs, les énergies mises en jeu sont importantes.

Tableau 3 : énergie et adhérence pour liaisons primaires [34]

Liaison primaire	Energie de liaison (kJ/mole)	Adhésion théorique (N/mm <sup>2</sup> )	Adhérence technique (N/mm <sup>2</sup> )
Liaison covalente	60 – 700	17500	15 à 20
Liaison métallique	110 – 260	5000	15 à 20
Liaison ionique	600 – 1000	30	15 à 20

Si ces 3 types de liaisons expliquent bien la cohésion de la chaîne macromoléculaire, de l'édifice du NaCl ou du morceau de fer, on est moins sûr que de telles liaisons puissent exister à l'interface entre un substrat et une couche d'apport car elles impliquent de véritables réactions chimiques et non plus une simple interaction très générale comme celle des forces de VAN DER WAALS.

## 6. CONCLUSIONS

Les phénomènes et interactions se déroulant à l'interface entre deux corps sont donc complexes et variés.

Rappelons à nouveau qu'il convient de faire la distinction entre ce qui se passe à l'état liquide et à l'état solide. L'analyse des caractéristiques de la couche d'apport à l'état liquide est évidemment beaucoup plus intéressante dans le cas de la prédiction de la qualité d'un joint : trouver une relation entre tensions superficielles des liquide et solide, et la mesure de l'adhérence serait bien entendu idéal.

On constate également qu'il existe une grande différence entre adhésion théorique et adhérence technique. Mesurer 100 % d'adhésion signifierait que l'ensemble des interactions potentielles entre solide d'apport et solide support pourraient être mobilisées en même temps et avec la même intensité.

Différents facteurs affectent la formation (= appétence) et la durabilité de cette interface : nous en avons dressé la liste dans le chapitre IV.

Mais l'application d'une barbotine de ciment sur un support en béton pourrait peut-être s'inscrire dans un autre cadre, à savoir celui de la cohésion. Car finalement, il s'agit de marier des corps de même nature (si ce n'est la présence des granulats pour le béton, encore que ceux-ci ne soient pas de nature fondamentalement différente de celle du ciment). L'étude de la cohésion des liants hydrauliques à base de ciment constitue donc une étape obligatoire (et certainement utile) à la compréhension du phénomène d'adhésion.

## CHAPITRE III

### COHESION ET ADHESION DANS LES LIANTS MINERAUX

#### 1. INTRODUCTION

Les types d'interactions possibles entre support et couche d'apports minéraux ont été expliqués dans le chapitre précédent. Il s'agit à présent de définir sur quels éléments - atomes, molécules - ces forces d'interaction vont agir. Il faut également essayer de déterminer quel genre de phénomène - forces de VAN DER WAALS, liaisons ioniques ou covalentes,... - est à la base de l'adhésion de la couche d'apport sur le support.

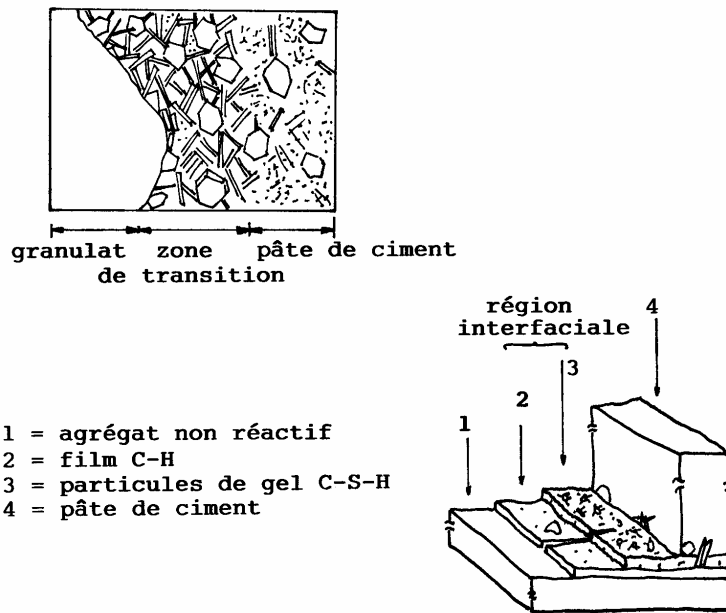
Nous rejoignons ici la notion de *cohésion*, déjà mentionnée dans l'introduction (voir chapitre I.1.) en postulant que l'*adhésion* n'est qu'un cas particulier de la cohésion. Cette particularité pourrait être définie en soulignant le caractère différent des corps mis en présence. C'est probablement un peu simpliste car ne parle-t-on pas de la « cohésion » d'un béton alors que celui-ci constitue, par essence, un matériau composite ? La *cohésion* d'un béton est en effet directement liée à l'*adhésion* de la pâte de ciment sur le granulat et au parfait enrobage du sable et des granulats par cette même pâte.

L'étude de l'interface entre la pâte de ciment et les éléments granulaires revêt donc pour nous une importance capitale tant il est vrai que ce qui se passe au sein d'un matériau peut expliquer ce qui se passe lorsque deux matériaux de même nature, même si d'âges différents, sont mis en présence l'un de l'autre.

#### 2. ANALYSE DE L'INTERFACE GRANULAT - PATE DE CIMENT

MASO et FARRAN [93] furent parmi les premiers à Toulouse à étudier l'auréole de transition autour des granulats non poreux. Ces recherches permirent de montrer que la zone de transition résulte essentiellement, d'une part, d'un effet de paroi qui induit des gradients de E/C et, d'autre part, des différences de mobilité des ions issus des grains de ciment anhydre. Elle est forcément plus riche que la masse de la pâte en constituants hydratés formés à partir des ions les plus mobiles : ettringite et portlandite avec les ciments contenant du clinker Portland par exemple. Les cristaux y sont généralement plus gros et mieux formés. Enfin, et à tous les âges, sa porosité, à quelques microns de l'interface, est toujours plus élevée que dans le reste de la matrice du béton.

Les représentations qu'en font METHA (1986, [81]) et LANGTON (1980, [81]) sont relativement parlantes.



**Figure 16 : représentation schématique de la zone de transition entre un granulat non réactif et un ciment contenant du clinker Portland : (a) d'après METHA; (b) d'après LANGTON et ROY [81]**

L'épaisseur de la zone de transition est en général d'environ 50  $\mu\text{m}$ , les différences les plus grandes par rapport à la masse de l'échantillon apparaissant dans les 20 premiers microns. De plus, il arrive très souvent que la zone la plus fragile de l'interface ne coïncide pas avec l'interface « physique » mais soit en retrait de 5 à 10  $\mu\text{m}$  dans la pâte de ciment, à cause d'un plan de rupture préférentiel dans les zones de clivage des cristaux de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

Plusieurs auteurs (WANG [85], TABOR [48], MINDESS [81]) citent ce facteur comme étant fondamental dans la résistance de l'interface : le type de granulat, l'addition de fumées de silice ou encore la rugosité des granulats semblent influencer l'orientation des cristaux de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et, conséquemment, l'intensité des énergies de surface en présence. Supposons, comme WANG [85], que l'on retire un bloc de solide de section unitaire de telle sorte que la séparation ait lieu dans un certain plan cristallographique, et que l'on crée ainsi deux nouvelles unités de surface, caractérisées par une énergie de surface  $S$ . Si on connaît le nombre d'atomes  $n$  par unité de surface et si  $E$  est l'énergie de surface de chaque atome avec son voisin, on a :

$$2S = nE$$

La portlandite forme un cristal hexagonal, avec structure lamellaire : les ions  $\text{Ca}^{2+}$  sont situés dans un plan, chacun d'eux étant lié à 6 ions  $\text{OH}^-$ , 3 au-dessus et 3 en dessous.

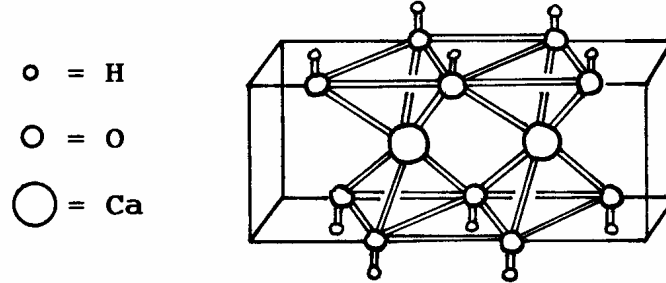


Figure 17 : structure d'une partie de simple couche d'hydroxyde de calcium [48]

La liaison à l'intérieur de chaque lamelle est covalente et forte. Par contre, la liaison entre une lamelle et sa voisine est relativement faible, ce qui est sans doute la raison pour laquelle le cristal subit aussi aisément un clivage.

On estime [82] que, alors que l'énergie de liaison Ca-OH vaut 380 kJ/mol, l'énergie entre lamelles vaut à peine 30 kJ/mol. Considérant la structure du cristal de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , on peut donc calculer les énergies de surface des plans (001) et (101) :

$$S_{(001)} = 440.10^{-7} \text{ J/cm}^2 \text{ et } S_{(101)} = 1300.10^{-7} \text{ J/cm}^2$$

Le plan (001) est donc clairement un plan de clivage.

Il est possible de déterminer quantitativement [82] le degré d'orientation des cristaux de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dans la zone interfaciale et de définir un *indice d'orientation* des cristaux de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  :

$$R_{CH} = \frac{I_{(001)} / I_{(101)}}{0,74}$$

où  $I_{(001)}$  et  $I_{(101)}$  représentent l'intensité de diffraction des plans (001) et (101).

Suivant le second principe de la thermodynamique, le système est dans son état le plus stable lorsque l'énergie interfaciale est la plus faible, ce qui semble être le cas lorsque le plan (001) du cristal de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  est parallèle au granulat.

A l'interface, la concentration en grains de ciment étant relativement faible, le développement des cristaux de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ne pose en général pas trop de problèmes; toutefois, plus on s'éloigne de l'interface, moins l'orientation des cristaux est aisée dans la mesure où il y a un encombrement de plus en plus important, lié à la présence des grains de ciment et des composés hydratés.

Des observations, réalisées au microscope électronique à balayage, attestent bien de la présence d'un film de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , caractérisé par une grande porosité. Dans le cas de granulats calcaire, on peut de plus observer [87] une partie du film qui tend à adhérer à la surface du granulat; des vues permettent de mettre en évidence l'interpénétration existant entre les grains de calcite  $\text{CaCO}_3$  (Figure 18.a) et le film de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (Figure 18.b).

Ce film présente en général une épaisseur de 50  $\mu\text{m}$  [86] après plusieurs jours d'hydratation et peut contenir, dans le cas du contact avec des granulats calcaires, des carboaluminates ou des complexes hydroxyde de calcium - carbonate de calcium.

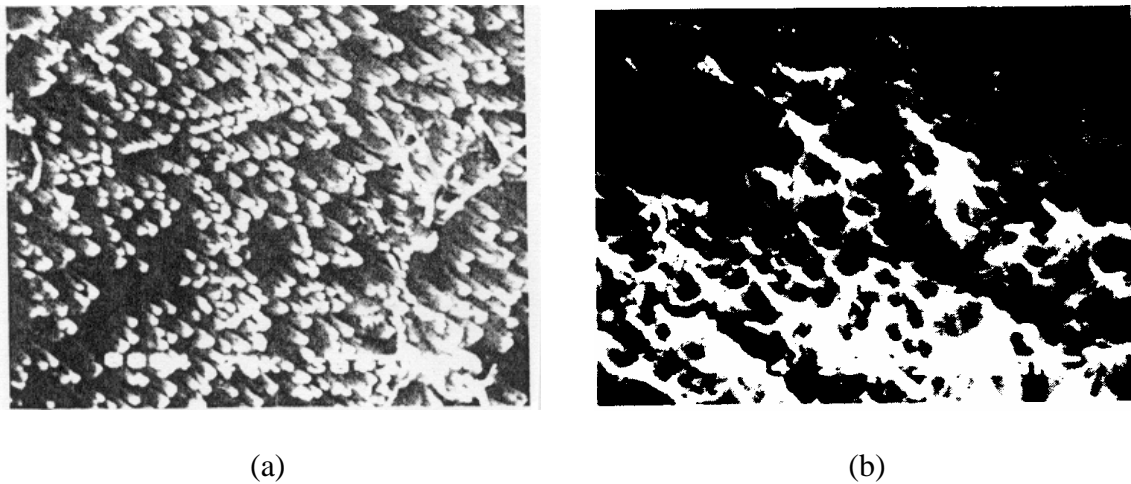


Figure 18 : vue de la zone de transition entre grains de calcite (a) et film de  $\text{Ca(OH)}_2$  (b)

Les ajouts à la pâte de ciment (par exemple des fumées de silice [82] [85]) ont pour effet de déplacer en général la zone de faiblesse vers l'intérieur de la pâte de ciment. De fait, lorsqu'il n'existe pas d'interaction chimique entre le granulat et la pâte de ciment, la zone faible coïncide avec l'interface; si cette interface est renforcée par des interactions, la zone de faiblesse se transporte vers les lieux de plus grande porosité : diminuer la porosité en ajoutant des fumées de silice renforce donc cette zone.

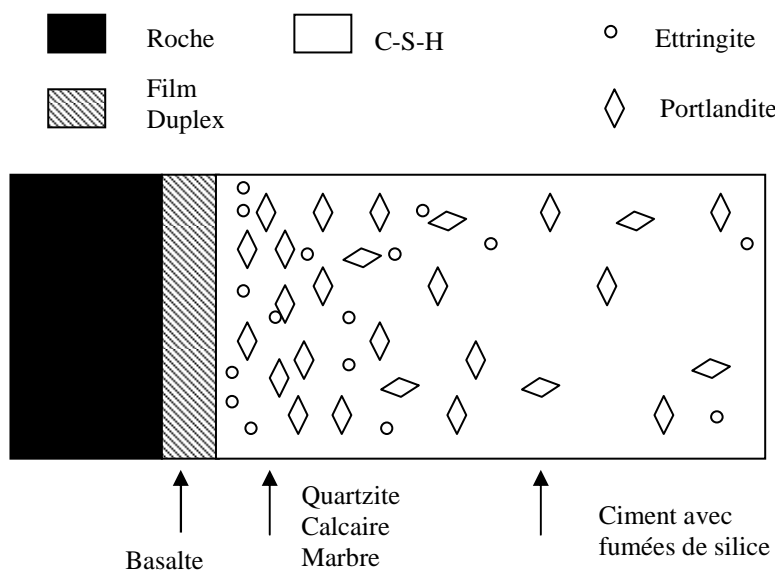


Figure 19 : zones de rupture dans des systèmes composés d'agrégats et de liants différents (ODLER and ZÜRG [88])

Il apparaît donc intéressant, à la lumière de ces considérations, d'analyser l'interface barbotine de ciment - agrégat dans le cas de l'application d'un système de réparation sur un ancien béton : nous nous trouvons pratiquement dans les mêmes conditions de « contact ». L'analyse des faciès de rupture en adhérence-traction nous apportera de plus amples informations sur le sujet. Il convient néanmoins de faire une remarque importante au sujet de la comparaison ou du parallélisme que nous venons de faire : le « contact » peut être différent dans la mesure où les distances entre des matériaux au sein d'un même mélange ou bien mis en contact l'un avec l'autre peuvent être d'ordres de grandeur différents.

### **3. CINETIQUE DE CONTACT ENTRE GRANULATS POREUX ET PATE DE CIMENT**

Lorsque la pâte de ciment entre en contact avec un matériau poreux, l'eau de la pâte est attirée dans les pores du support, d'autant plus que leur taux d'imprégnation initial est faible et leur surface spécifique élevée. Ceci se produit très rapidement [92 , 93] dès le moulage et donc avant le début de la prise de ciment.

Les conséquences de ce phénomène de succion sont, d'une part une diminution de la teneur en eau de la pâte de ciment (jusqu'à ce que la force de rétention d'eau par la pâte devienne égale à celle d'aspiration par le support), et d'autre part l'absence de pellicule d'eau d'épaisseur importante au voisinage de l'interface. On peut imaginer finalement que ce phénomène tend à s'inverser et que le support restitue tout ou partie de l'eau absorbée de la pâte de ciment, et favorise ainsi son hydratation.

Un effet de diffusion est également observé, en complément du phénomène de succion capillaire : comme ce sont les ions les plus mobiles qui entrent en solution - sodium, potassium, sulfates et aluminium -, il va en découler une augmentation du maximum de concentration d'ettringite à l'interface, de même que la portlandite, mais dans une mesure beaucoup moindre qu'en cas de contact avec un matériau non poreux.

Dans le cas de l'application de la barbotine de ciment sur le béton support, il nous faudra donc distinguer le contact avec la pâte de ciment (mortier) et les granulats, respectivement poreux et non poreux.

### **4. NATURE ET INTENSITE DES LIAISONS DANS LA PATE DE CIMENT**

Les forces de VAN DER WAALS jouent un rôle important dans les interactions entre corps de nature différente. C'est la densité des nuages électroniques des atomes qui, en fluctuant, crée des dipôles instantanés qui interagissent avec l'atome voisin, le polarisent, l'attirent.

L'intensité de l'énergie d'interaction entre deux molécules ou atomes identiques est donnée par l'équation de LONDON :

$$\varepsilon_d = \frac{3/4 h \nu_0 \alpha^2}{4 \pi \varepsilon x^6}$$

- où
- x est la distance entre les atomes ou molécules
  - h  $\nu_0$  est l'énergie correspondant au potentiel d'ionisation de l'atome ou de la molécule
  - $\alpha$  est la polarisabilité des atomes ou molécules.



L'énergie varie donc en  $1/x^6$ , ce qui signifie qu'un doublement de la distance entre les atomes réduit l'intensité de la liaison d'un facteur 64.

Si nous en revenons à la pâte de ciment, il apparaît important d'étudier trois types de liaisons : la liaison entre la tobermorite CSH et la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , ainsi que le mécanisme de liaison au sein du  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et du CSH. Les descriptions que l'on peut en faire restent encore, pour un certain nombre d'entre elles, au stade des supputations. On attribue en général la cohésion de la tobermorite à la densité de l'entremêlement des lamelles ou fuseaux lamellaires de quelques Angstroms de diamètre et de quelques microns de longueur; la résistance est directement liée à la porosité et à la distribution granulométrique de cette porosité que constituent les pores de gel. Les anions silicates et sulfates sont liés à la chaux par des liaisons ioniques solides [82]. Les liaisons entre CSH et entre les CSH et les autres matériaux semblent être de l'ordre de grandeur de celles développées par les liaisons par pont d'hydrogène.

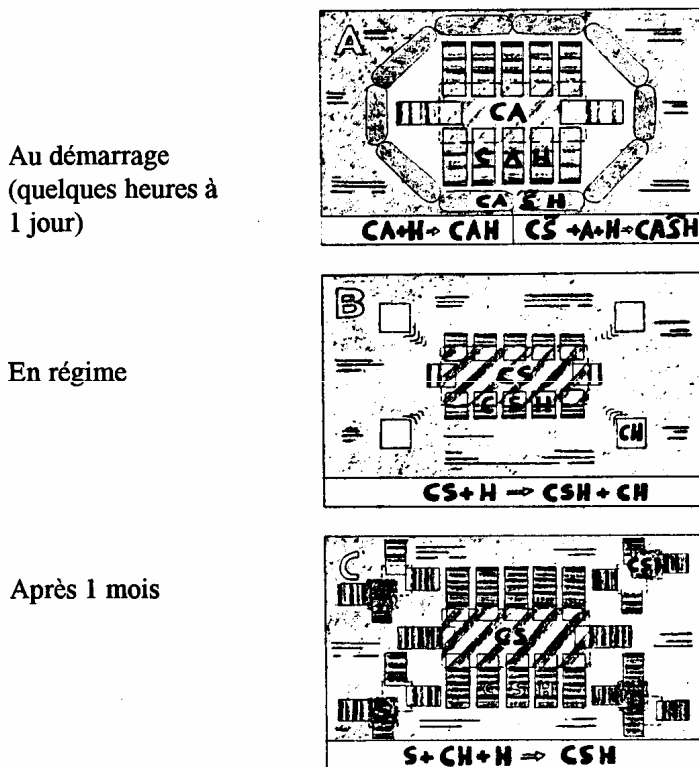


Figure 20 : développement de la structure de la tobermorite en fonction du degré d'hydratation [107]

La portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  constitue des amas de molécules qui peuvent être affaiblis par les clivages entre molécules (voir paragraphe 2 ci-avant). La figure ci-après décrit la situation de deux molécules de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dans le voisinage l'une de l'autre.

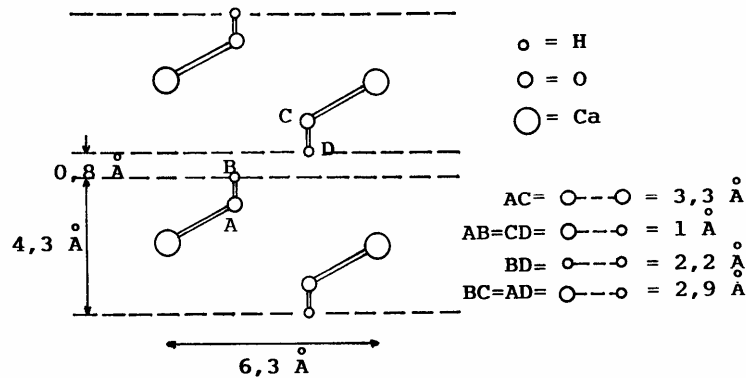


Figure 21 : situation (non à l'échelle) de deux molécules de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , avec indication de la distance entre les atomes d'oxygène et d'hydrogène

BUSING et LEVY [48], pensent qu'une liaison par pont d'hydrogène entre molécules de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  serait peu probable. De toute façon, la distance entre un atome d'hydrogène dans une lamelle et l'oxygène le plus proche dans la lamelle adjacente est de l'ordre de 2,9 Å, ce qui est effectivement un peu grand pour pouvoir développer une liaison par pont d'hydrogène (dans l'eau, cette distance est de 1,8 Å). Finalement, chaque oxygène est lié à trois atomes de calcium et un atome d'hydrogène, ce qui signifie que toutes ses orbitales sont occupées : si les liaisons par pont d'hydrogène sont exclues, il ne reste donc que les forces de VAN DER WAALS qui sont de faible intensité (de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-21}$  J). Elles sont en général en correspondance avec les résistances mesurées expérimentalement; néanmoins, les imperfections des cristaux et du réseau font qu'il existe nécessairement d'autres types d'interactions plus fortes qui contrebalancent ces imperfections. Les énergies de liaison sont donc comparables en intensité pour les liaisons adhésives ou cohésives, si bien que les deux types de rupture peuvent survenir; néanmoins, comme la portlandite est cristalline et possède des plans de clivage bien définis, la rupture a lieu préférentiellement dans les cristaux de portlandite plutôt que dans le CSH amorphe.

## 6. CONCLUSIONS

L'analyse du développement de la cohésion nous apporte des informations intéressantes sur notre approche du phénomène de mise en contact du béton support et de la barbotine de ciment : les matériaux en présence, les phénomènes de succion capillaire et de diffusion, l'influence de la distance entre atomes,... sont autant de facteurs qui vont nous permettre d'apprécier le phénomène d'adhésion et en particulier la cinétique de contact qui prélude à ce phénomène.

Notre intention n'est pas de chiffrer ici les distances entre atomes ou molécules mais plutôt de réfléchir aux phénomènes et propriétés des produits liquides et solides, qui vont agir sur la qualité de l'interface créée. L'objet de ce travail est finalement de définir les conditions optimales de réalisation de l'interface, en un mot de qualifier l'appétence de l'adhésif liquide et du support solide.

## **CHAPITRE IV**

### **ANALYSE DES PARAMETRES INFLUENCANT L'ADHERENCE**

#### **1. INTRODUCTION**

Plusieurs auteurs, dont BIJEN [12], OHAMA et PAREEK [10] ou encore FIEBRICH [8], ont étudié les causes de la non-adhérence d'un mortier de ragréage ou d'un revêtement sur un support en béton et ont mis en évidence l'intérêt qu'il y avait d'utiliser des liants polymériques (en général non réactifs) pour modifier les mortiers de ciment et améliorer ainsi l'adhérence du système.

Nous reviendrons sur les conditions que BIJEN [12] cite pour obtenir une bonne adhérence mais nous présentons dès à présent un tableau récapitulatif proposé par PAREEK [10] dans sa thèse, qui reprend une liste de causes et de remèdes relatifs à l'adhérence de systèmes de réparation sur des supports en béton de ciment.

Le Tableau 4 met déjà en évidence une classification importante : parmi l'ensemble des facteurs influençant l'adhérence, on doit distinguer ceux qui sont liés au support et ceux qui sont liés à la nature du mortier de ragréage, du revêtement ou de la couche d'imprégnation ou d'accrochage, en bref de la couche d'apport. Il existe également une troisième famille de facteurs, beaucoup moins précis, définissables ou quantifiables mais néanmoins fondamentaux : les facteurs liés aux conditions d'application et en particulier les facteurs humains. C'est évidemment scientifiquement illusoire de vouloir essayer de les quantifier avec exactitude, tant leur caractère aléatoire et imprévu est flagrant. Néanmoins, il serait imprudent de ne pas soulever le problème : combien de fois les meilleurs projets ou systèmes ne se sont-ils pas révélés inapplicables ou inefficaces par le seul fait que les facteurs humains ou environnementaux n'avaient pas été pris en compte.

Dans son travail, PAREEK ne s'intéresse toutefois pas aux causes fondamentales qui provoquent un assèchement en surface, ou la présence de bulles d'air et de retrait. Nous voulons, dans ce chapitre, analyser spécifiquement l'effet des propriétés physiques, chimiques et mécaniques du support et de l'adhésif qui vont se manifester sous l'effet des causes dont parle PAREEK.

Comme l'a fait PAREEK [10] dans son travail, on pourrait classer les facteurs d'influence en deux catégories fondamentales : ceux liés au support et ceux liés à la couche d'apport. Si l'opération est assez aisée pour un certain nombre d'entr'eux, cela devient bien moins évident, voire même incorrect, de traiter séparément les aspects thermodynamiques de la liaison ou la cinétique de contact tant les interactions sont fortes entre phase solide (support) et phase liquide (couche d'apport).

Même si l'analyse est séquentielle, il faut donc bien garder à l'esprit que le système, au sens thermodynamique du terme, est constitué par deux corps de nature différente - au moins au début - qui ne cessent d'interagir et de s'influencer mutuellement. Ce sont les raisons pour lesquelles l'aspect thermodynamique sera envisagé dans un chapitre séparé.

**Tableau 4 : facteurs affectant l'adhérence des matériaux de réparation et de finition, et les techniques d'amélioration [10]**

<b>Type of Repair and Finish Material</b>	<b>Type of Substrate</b>	<b>Reason for Poor Adhesion to Substrate</b>	<b>Type of Damage</b>	<b>Adhesion Improvement Technique</b>
Ordinary Cement Mortar	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Cement Concrete or Mortar</li> <li>• Reinforcing Bar</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Dry-out</li> <li>• Formation of Voids at the Interface</li> <li>• Drying Shrinkage Stresses at Interface</li> </ul>		Application of Polymer Dispersion, Polymer-Modified Paste as Bonding Agent to Substrate
Polymer-Modified Mortar	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Cement Concrete or Mortar</li> <li>• Reinforcing Bar</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mischoosing of Type of Polymer Dispersion and Polymer-Cement Ratio</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Loss of Adhesion</li> <li>• Cracking</li> </ul>	Selection of Suitable Surface Treatment for Substrate, and of Appropriate Type of Polymer Dispersion and Polymer-Cement Ratio
Polymer Mortar	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Cement Concrete or Mortar</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wetness of Substrate</li> <li>• Setting Shrinkage of Polymer Mortar</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Delamination</li> </ul>	Application of Coupling Agent as Primer to Substrate, and Use of Shrinkage-Reduced Polymer Mortar

## 2. FACTEURS DEPENDANT DU SUPPORT

Nous allons caractériser le support en béton par un certain nombre de paramètres qui nous paraissent fondamentaux pour expliquer le développement des propriétés d'adhésion à l'interface. Nous envisagerons successivement :

- la rugosité;
- l'absorption capillaire;
- la teneur en eau;
- la cohésion superficielle;
- la composition de l'eau interstitielle;
- le module E.

### 2.1. Rugosité

La rugosité est un terme générique qui recouvre des considérations variables suivant l'échelle à laquelle on se place. En génie civil, l'échelle millimétrique permet déjà de différencier entre eux des états de surface obtenus par exemple à la suite de différents traitements.

De nombreuses références bibliographiques existent sur le sujet, conduisant la plupart du temps aux mêmes conclusions quant au choix des techniques de préparation : le sablage, et en particulier l'hydrosablage, semblent particulièrement aptes à favoriser l'interaction entre le support et la couche d'apport par augmentation de la surface de contact.

FIEBRICH [11] a étudié l'effet du nettoyage haute pression à l'eau (900 bars) sur la préparation de surface d'un béton sur lequel a été appliqué un gunitage. Le nettoyage haute pression a été réalisé à différents grades :

- grade A : 10 % de granulats visibles;
- grade B : de 30 à 40 % de granulats visibles;
- grade C : de 60 à 80 % de granulats visibles.

Il conclut en signalant que :

- pour les supports de grade A, on observe plus de 66 % de rupture à l'interface avec des valeurs faibles de résistance (1,2 N/mm<sup>2</sup>). Les ruptures par cohésion dans le béton support ont lieu pour des valeurs de 1,91 N/mm<sup>2</sup> et dans le gunitage pour 1,98 N/mm<sup>2</sup>;
- pour les supports de grade B, le nombre de ruptures à l'interface chute (44 %) et les valeurs de résistance augmentent (1,8 N/mm<sup>2</sup>). Les ruptures par cohésion ont alors lieu dans le béton projeté à 2 N/mm<sup>2</sup> et dans le béton support à 2,3 N/mm<sup>2</sup>;
- pour les supports de grade C : idem grade B.

La préparation au grade B donne le meilleur rapport qualité/prix, probablement parce que le nettoyage haute-pression, qui induit des microfissures au niveau de la surface du béton support, ne s'est pas suffisamment prolongé dans le cas du grade A pour éliminer les parties non adhérentes.

VANEETVELD [5] est arrivé au même genre de conclusions en comparant différentes techniques de préparation de surface :

- décapage mécanique (brossage, bouchardage, piquage, sablage et hydrosablage);
- décapage thermique;
- décapage chimique (basique ou acide).

Il conclut, lui aussi, sur l'efficacité du sablage et de l'hydrodécapage comme technique permettant d'augmenter la surface spécifique du support sans altérer les propriétés mécaniques et physiques de ce dernier, et en particulier sa cohésion superficielle.

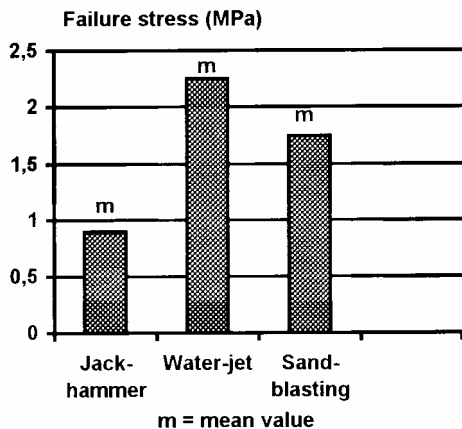
Une tentative d'interprétation a été réalisée en définissant une rugosité (en mm) sensée représenter l'état de surface du support. En fait, ce coefficient donne seulement une idée de la profondeur maximale des creux créés par la préparation de surface.

**Tableau 5 : profondeurs maximales de décapage [5]**

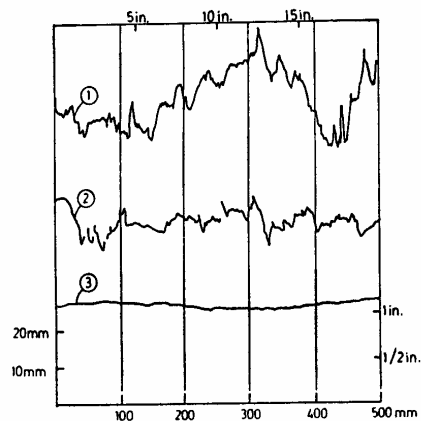
Mode de préparation de surface	Rugosité (mm)
Bouchardage	1,7 à 4,5
Décapage chimique	0
Eau (haute pression)	2 à 7
Flamme	0,4 à 6
Sablage	1 à 4

Nous n'avons donc aucune information sur la forme et l'ondulation du profil, sur la fréquence et la répartition des saillies et des creux, leur largeur,...

SILFWERBRAND [57], dans son étude comparative sur divers traitements de surface (marteau pneumatique, sablage, eau sous pression) a bien entendu comparé les résultats d'adhérence-traction mais a aussi essayé de qualifier l'état de surface en déterminant les profils.



**Figure 22 : comparaison des moyennes des résultats d'essais d'adhérence-traction (rupture à l'interface)**



**Figure 23 : comparaison des surfaces de contact traitées par :**

- 1 - eau sous pression;
- 2 - marteau pneumatique;
- 3 - sablage

N.B. : l'échelle des profondeurs est exagérée

Il n'existe malheureusement aucune comparaison quantitative des profils mesurés, d'autant plus que, même si la "rugosité" obtenue au marteau pneumatique est plus importante que celle obtenue par sablage, la contrainte de rupture à l'interface est plus faible.

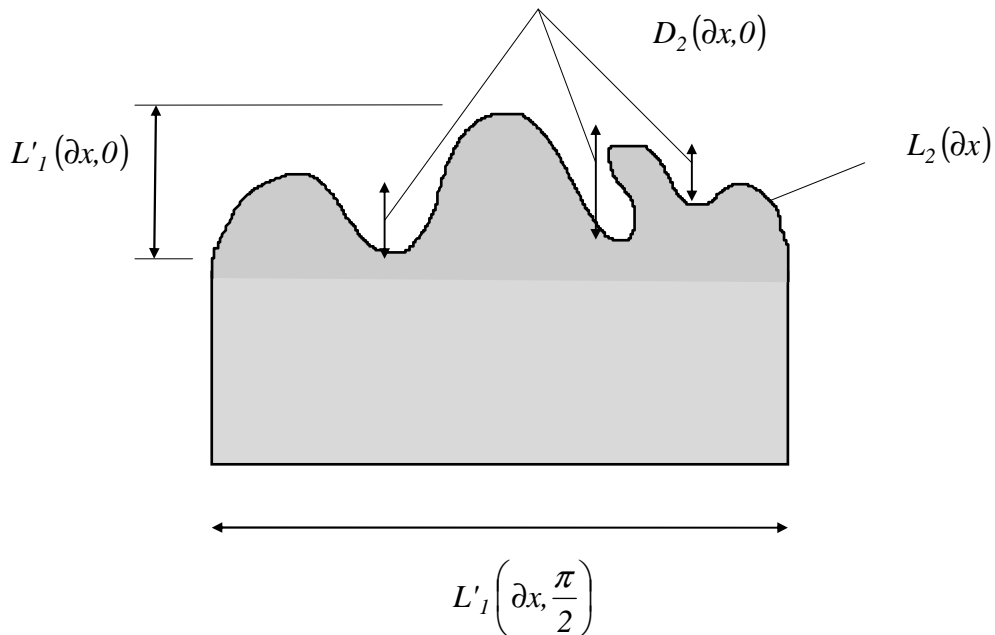
Dans un autre domaine, OLIVEIRA [7] a essayé de quantifier l'importance de l'interpénétration entre des micro-bétons et une maçonnerie en bloc dans le cadre de la conception des maçonneries armées.

La caractérisation du profil de rugosité a été réalisée en se basant sur le calcul de 3 paramètres fondamentaux :

- a) La rugosité linéaire  $R_l(\partial x)$ , qui est définie comme étant le rapport de la longueur de la courbe enveloppe  $L_2(\partial x)$ , sur sa projection apparente  $L'_1(\partial x, \pi/2)$  (Figure 24) donc :

$$R_l(\partial x) = \frac{L_2(\partial x)}{L'_1(\partial x, \pi/2)}$$

La rugosité linéaire des blocs ne suffit pas pour discriminer les blocs entre eux : une même valeur peut représenter différentes rugosités. Pour caractériser l'état de surface, il est nécessaire d'ajouter au moins un deuxième paramètre. Cette valeur donne plutôt une idée de la surface spécifique que de la géométrie du relief.



**Figure 24 : rugosité linéaire, rugosité verticale et indice de branchement**

- b) La rugosité verticale : supposant pour l'orientation moyenne de la rugosité un plan de référence horizontal, la rugosité verticale est le rapport entre la projection totale verticale dans la direction moyenne du profil  $D_2(\partial x, 0)$  et la projection apparente dans la direction perpendiculaire  $L'_1(\partial x, \pi/2)$  :

$$R_v(\partial x) = \frac{D_2(\partial x, 0)}{L'_1(\partial x, \pi / 2)}$$

- c) Indice de branchement :

$$B_1(\partial x) = \frac{L'_1(\partial x, 0)}{L'_1(\partial x, \pi / 2)}$$

où  $L'_1(\partial x, 0)$  représente la projection apparente dans la direction du profil (et non plus la projection totale comme précédemment).

Pour quantifier les rugosités linéaire et verticale et l'indice de branchement, un panorama photographique a été réalisé à partir d'une lame mince de 60 x 45 mm observée en lumière fluorescente. La projection quantitative du contour de l'interface a été faite à l'aide d'un banc optique et un analyseur d'image [7].

Ces observations lui ont permis de classer les blocs de béton en différentes catégories suivant les valeurs calculées de ces différents paramètres : néanmoins, hormis ce classement relatif, ces paramètres ne sont pas intervenus dans le calcul de l'adhérence ni dans aucune corrélation avec des grandeurs mécaniques représentant le phénomène l'adhésion.

La rugosité constitue visiblement un facteur primordial dans la qualité du contact et, partant, de l'adhérence entre un béton support et une couche d'apport.

Néanmoins, la plupart des méthodes employées jusqu'à présent pour quantifier cette rugosité restent fort empiriques et approximatives : nous avons essayé dans le cadre de ce travail de définir plus précisément cette notion fondamentale en calculant quelques paramètres caractéristiques et comparatifs, basés sur des méthodes d'essais connues ou originales :

- essais à la tache de sable;
- observations au microscope binoculaire;
- observations sur lames minces au microscope par transmission;
- profilométrie et surfométrie.

Dans le cas du béton, augmenter la rugosité par des techniques de sablage ou hydropneumatiques devrait améliorer l'adhérence par son effet d'interpénétration mécanique à l'échelle macroscopique - ce point sera d'ailleurs envisagé en comparant l'adhérence de barbotines de ciment sur support en béton sablé et poli -, ainsi que par l'augmentation de la surface de contact avec la couche d'apport appliquée. De plus, du point de vue de l'appétence, la rugosité a un effet direct sur la valeur réelle de l'angle de contact et, par conséquent, sur la mouillabilité du support (voir à ce sujet notre remarque au chapitre II.3.4.).



## 2.2. Absorption capillaire et teneur en eau

Le substrat béton n'est pas un support fermé. Il présente toute une série de pores, de capillaires dont la présence risque d'influencer l'adhérence, notamment en réglant les phénomènes d'échange à l'interface.

Quand on a affaire à un support poreux, la zone interfaciale sera moins affaiblie par la présence d'eau excédentaire car le réseau capillaire est capable d'absorber une certaine quantité d'eau et ainsi de diminuer le rapport E/C en surface.

Un support poreux signifie aussi une surface de contact plus grande, ce qui a pour effet d'augmenter l'énergie de rupture nécessaire à la séparation : des cavités, dues à la présence de bulles d'air au moment de la mise en œuvre du béton support, peuvent jouer ce rôle.

### 2.2.1. DESCRIPTION DU SYSTEME POREUX DANS UN BETON

Les pores se forment dès le moment de la prise et les modifications qu'ils subissent ensuite, dépendent des conditions dans lesquelles se fait le durcissement.

On distingue :

- les pores de compactage (dus à la mise en oeuvre du béton);
- les pores du granulat;
- les pores de la pâte de ciment;
- ainsi que les bulles d'air emprisonnées.

Du point de vue des dimensions, on distingue :

- les macropores : diamètre  $> 20 \mu\text{m}$ .  
Ces pores se situent à la limite de la capillarité. Ils se forment par ségrégation, défaut de compactage, inclusion d'air, etc.;
- les pores capillaires :
  - gros capillaires :  $10 \mu\text{m} < \text{diamètre} < 20 \mu\text{m}$ ;  
les mouvements d'eau sont importants tant en vitesse qu'en volume (10 cm de hauteur d'absorption par heure pour un capillaire de  $10 \mu\text{m}$ );
  - capillaires fins :  $0,1 \mu\text{m} < \text{diamètre} < 10 \mu\text{m}$ ;  
capillaires à débit faible mais à hauteur ascensionnelle élevée. Ils sont responsables des humidification et séchage de longue durée;
- les micropores :  $0,01 \mu\text{m} < \text{diamètre} < 0,1 \mu\text{m}$ ;
- les pores du gel : diamètre  $< 0,01 \mu\text{m}$ .  
L'eau y pénètre peu, très lentement, très profondément, mais en ressort tout aussi difficilement qu'elle y est entrée.  
Les mouvements d'eau qui s'y opèrent sont très faibles et n'influencent guère les caractéristiques du matériau;
- les pores de la zone de transition (Interfacial Transition Zone).

Les pores capillaires sont la cause essentielle des migrations d'eau dans le béton. Par contre, la dimension des pores n'a pas d'effet sur la diffusion des ions, pour autant qu'ils soient de diamètre supérieur aux dimensions des ions.

### 2.2.2. INFLUENCE DE LA DIMENSION ET DE LA FORME DES CAPILLAIRES

Lorsque l'on réfléchit au problème de la pénétration d'une barbotine d'accrochage dans un béton, outre les facteurs liés au fluide lui-même, tels la tension superficielle, sa viscosité ou sa cinétique de prise et de durcissement, il convient de se poser deux questions importantes : quelles sont les dimensions des capillaires et quelle est leur forme ?

Différents paramètres, dont principalement le rapport E/C, vont influencer le diamètre des capillaires et donner naissance à des bétons et des mortiers de qualités variables. Dans le cas de la réparation d'un béton, on voudrait pouvoir compter sur la possibilité d'un ancrage micro-mécanique de la barbotine de ciment dans le support, par pénétration de la phase liquide dans la structure capillaire superficielle du béton. Sachant que la dimension des capillaires se situe dans le domaine des nanomètres au micromètre, et que la remontée capillaire  $H$  dans un pore de rayon  $r$  obéit à une loi de type  $H = f\left(\frac{l}{r}\right)^7$ ,

on voit ici l'intérêt de choisir un fluide capable de pénétrer au plus haut dans la zone superficielle du béton. On définira plus loin les caractéristiques optimales de ce fluide; on peut néanmoins dès à présent se rappeler que, dans le cas des barbotines, les particules de ciment ont des tailles avoisinant pour la plupart les 30  $\mu\text{m}$  et que, par conséquent, il apparaît difficile que ces particules soient entraînées dans les capillaires. Ce point doit être nuancé en fonction du type de ciment utilisé : il est clair que des ciments du type CEM I 52,5 possèdent proportionnellement plus de grains fins que le ciment CEM I 32,5. L'analyse granulométrique présentée en Figure 36 indique malgré tout la présence d'une série de grains de dimension inférieure à 10  $\mu\text{m}$  correspondant à 35 % en poids de passant, ce qui représente en nombre de grains une quantité très importante. Il y a probablement une partie du ciment qui va pénétrer dans le support en béton et réagir en développant des interactions avec le support par formation de cristaux de CSH et de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

Mais il est vraisemblable que ce comportement reste minoritaire dans la mesure où la majorité des grains ont des dimensions supérieures à 20 ou 50  $\mu\text{m}$  et où il risque d'y avoir formation de voûtes à l'entrée des capillaires, provoquées par l'encombrement des grains de ciment qui ne peuvent pénétrer à cause de leur dimension supérieure au diamètre du capillaire (effet de filtration des géotextiles).

---

<sup>7</sup> loi de JURIN  $H = \frac{2 \gamma_L}{p \cdot g \cdot r}$  (à l'équilibre et, dans notre cas, sur béton sec)

### 2.2.3. TENEUR EN EAU DU SUPPORT

C'est également un facteur important conditionnant l'adhérence du mortier d'apport sur le support en béton. En effet, si le support est saturé, l'effet de succion capillaire n'existe pas et le matériau d'apport va devoir évacuer une partie de l'eau pour pénétrer dans le support, ce qui ne pourra se faire que dans des conditions bien précises, liées principalement aux tensions superficielles des différents intervenants : le fluide B ne sera capable d'évacuer le fluide A que si sa tension d'adhésion ( $\gamma_L \cos \theta$ ) est plus forte. Au contraire des liants organiques pour lesquels on pourrait éventuellement compter sur une certaine hydrophobicité, les liants hydrauliques ne sont pas capables d'évacuer l'eau excédentaire à l'interface; on doit donc en tenir compte au moment de l'application de la couche d'apport sur le béton support, et notamment dans la valeur du rapport E/C de la barbotine.

Ces problèmes seront abordés et étudiés largement dans la suite de ce travail.

Dans le cas où le support est trop sec, l'effet de succion peut entraîner le drainage de la couche d'apport et donc diminuer le rapport E/C, ce qui a pour conséquence une modification des conditions d'hydratation de cette dernière. Le béton support va donc produire une sous-pression par rapport à la couche d'apport, due aux forces capillaires; si on compare les surfaces spécifiques des cristaux de CSH du béton support (200.000 m<sup>2</sup>/kg) à celles des grains de ciment non hydratés de la couche d'apport (300 m<sup>2</sup>/kg), on comprend de suite que ce drainage sera immédiat dès après l'application.

### 2.3. Cohésion superficielle

Le substrat est caractérisé mécaniquement par sa cohésion superficielle, dont la valeur va notablement influencer les résultats de la réparation. Quand on applique un système de réparation sur un support en béton, on doit s'assurer de pouvoir garantir une résistance de l'ensemble au moins égale à celle du béton sain.

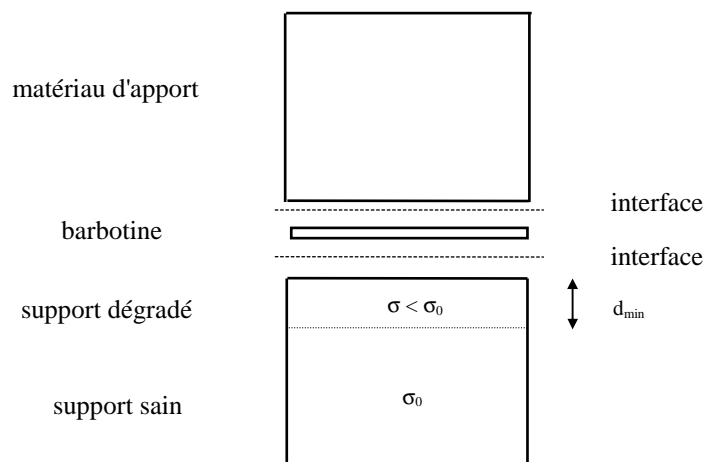


Figure 25 : cohésion superficielle et interface

On adaptera bien entendu la qualité du mortier d'apport ( $\sigma \geq \sigma_0$ ) mais on peut également choisir la méthode de préparation du support (voir paragraphe 2.1.) pour atteindre le béton sain ( $d \geq d_{\min}$ ) en évitant notamment des techniques telles que le bouchardage qui induisent des micro-fissures et diminuent la cohésion. On s'assurera également une profondeur de pénétration suffisante des couches d'accrochage ou de préparation ce qui, outre l'adhérence, améliorera la cohésion.

L'assurance d'une cohésion superficielle suffisante sera confirmée dans chaque cas par mesure de l'adhérence par traction d'une pastille métallique collée sur le support.

Les prescriptions du Ministère de l'Équipement et des Transports imposent une valeur après préparation  $\sigma_0$  de 2,4 N/mm<sup>2</sup> (mesurée sur machine de traction en laboratoire et non in situ). Le projet de norme européenne prEN 117 impose quant à lui une valeur caractéristique de 3,5 N/mm<sup>2</sup>.

#### **2.4. Composition de l'eau interstitielle**

Un paramètre supplémentaire à envisager est la composition chimique de l'eau interstitielle se trouvant dans les pores et les capillaires du béton. Plusieurs phénomènes peuvent avoir pour origine les différences entre la solution interstitielle de la barbotine de ciment appliquée sur le support et l'eau interstitielle du béton. Il peut se produire dans ce cas une diffusion d'ions, dans un sens ou dans un autre :

- lorsque le béton contient des sels solubles, il peut se produire des phénomènes de solubilisation et de cristallisation internes qui risquent d'altérer l'adhérence ;
- une redistribution et un rééquilibre par diffusion d'ions en provenance de la barbotine vers le support pourrait influencer voire altérer le processus d'hydratation et, finalement, la qualité de la réparation.

Nous pourrions également envisager, dans ce dernier cas de figure, que la diffusion d'ions dans le support permette d'augmenter les liaisons potentielles futures et donc le nombre de liens (« clavettes chimiques » cité pour la première fois par DEGEIMBRE au cours de nos entretiens) entre support et couche d'apport par accrochages successifs.

#### **2.5. Module E du béton support**

Ce paramètre est à lier au module E de la couche d'apport. En effet, si on assemble des matériaux, la résistance du composite (cisaillement, flexion,...) sera optimale si les deux matériaux possèdent des modules de déformation semblables.

Ce problème ne constitue pas notre propos essentiel puisque notre intérêt porte sur les propriétés des matériaux qui conditionnent la formation de l'interface.

### 3. FACTEURS DEPENDANT DE LA COUCHE D'APPORT

La nouvelle couche "apportée" sur le béton support n'est pas inerte et son comportement influencera les propriétés d'adhérence du système de réparation. Nous avons étudié en particulier les paramètres suivants :

- nature et concentration du liant;
- réaction de durcissement;
- cinétique de contact;
- stabilité dimensionnelle;
- porosité.

Dans la formation d'une interface, les surfaces sont généralement d'abord mouillées par l'adhésif liquide. Le mouillage comporte en fait deux aspects : thermodynamique (il y a mouillage) et cinétique (le mouillage doit se faire le plus rapidement possible). L'aspect cinétique est très important dans le cas de surfaces poreuses où l'absorption capillaire va se manifester. Il est clair également que ces paramètres sont directement liés aux paramètres du support, beaucoup plus en tout cas que la stabilité dimensionnelle ou la nature du liant qui sont des paramètres "indépendants".

Nous rappelons ici que ce qui nous intéresse est finalement ce qui se passe en début de la phase de contact support-apport et que, par conséquent, le problème de la stabilité à long terme sera abordé avec moins d'intérêt.

#### 3.1. Cinétique de contact

##### 3.1.1. INTRODUCTION

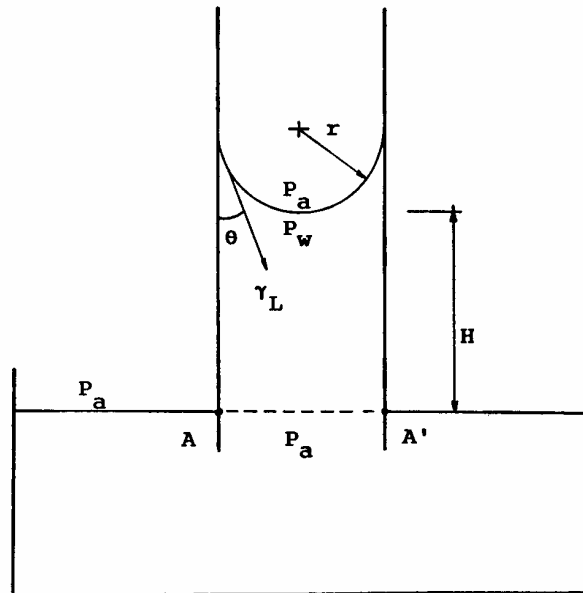
L'établissement du contact entre le substrat et la couche d'apport suppose que cette dernière soit suffisamment fluide pour épouser la forme (ondulation<sup>8</sup>) de la surface du support et éventuellement pénétrer dans les pores capillaires. Dans cette optique, le contact doit avoir lieu le plus rapidement possible car la fluidité diminue en fonction du temps à cause des réactions de prise et de durcissement, ainsi que l'évaporation de l'eau. Un facteur complémentaire doit également être pris en compte : comment évolue, pendant les premiers instants de mise en contact, le rapport E/C de la barbotine de ciment : la porosité et la répartition granulométrique des capillaires de surface deviennent dans ce cas fondamentaux pour la compréhension des phénomènes.

---

<sup>8</sup> voir au chapitre VII.3.2. ce que nous entendons par ondulation.

## 3.1.2. HAUTEUR D'ASCENSION CAPILLAIRE

Le théorème de LAPLACE relie la tension superficielle, la courbure moyenne de la surface et la différence de pression à la surface de séparation de deux fluides. Il permet de résoudre la plupart des problèmes de capillarité et exprime que l'accroissement  $p$  de pression hydrostatique qui se produit lorsque l'on passe du côté convexe au côté concave de la surface de séparation de deux fluides, est égal au produit de la tension superficielle par la courbure moyenne  $\left(\frac{1}{R} + \frac{1}{R'}\right)$  de la surface.



*Figure 26 : phénomène d'ascension capillaire dans le cas où le liquide mouille partiellement le capillaire ( $\theta < 90^\circ$ )*

Dans l'application qui nous occupe, nous pouvons considérer le rayon du capillaire suffisamment petit pour que la surface du ménisque puisse être considérée comme une demi-sphère de rayon  $r$  et nous avons :

$$p_a - p_w = \frac{2 \gamma_L \cos \theta}{r}$$

Le liquide ne mouille pas parfaitement la paroi du capillaire et la différence entre le rayon du ménisque et le rayon du capillaire s'exprime physiquement par  $\cos \theta = r/R$ .

A partir du théorème fondamental de l'hydrostatique, on peut alors calculer la hauteur de remontée capillaire  $H$  d'un fluide de tension superficielle  $\gamma_L$ , faisant un angle de contact  $\theta$  avec un capillaire de rayon  $r$  par la loi de JURIN :

$$H = \frac{2 \gamma_L \cos \theta}{\rho g r}$$

### 3.1.3. VITESSE DE PENETRATION DU LIQUIDE DANS LE CAPILLAIRE

Soit un capillaire horizontal<sup>9</sup> dont une extrémité communique avec un liquide et l'autre avec de l'air. Le liquide pénètre dans le capillaire et nous pouvons écrire qu'à tout moment son débit suit la loi de POISEUILLE. Ainsi, quand le liquide de viscosité  $\eta$  a pénétré d'une longueur  $x$  dans le capillaire, son débit à cet instant est :

$$Q = \frac{\pi p r^4}{8 \eta x}$$

où  $p$  est la pression motrice constante due aux forces capillaires, soit :

$$p = \frac{2 \gamma_L \cos \theta}{r}$$

d'où :

$$Q = \frac{\pi \gamma_L \cos \theta r^3}{4 \eta x}$$

Le liquide ayant mis un temps  $dt$  pour traverser un volume élémentaire  $dV$  du capillaire, ce débit est encore égal à :

$$Q = \frac{dV}{dt} = \frac{\pi r^2 dx}{dt}$$

En égalant les deux équations précédentes, il vient :

$$x \frac{dx}{dt} = \frac{\gamma_L \cos \theta r}{4 \eta}$$

Dans le cas particulier où l'on considère  $\theta$  et  $\eta$  constants<sup>10</sup>, on obtient l'équation de WASHBURN qui exprime que la hauteur de pénétration en fonction du temps (= l'avance) du liquide dans un tube capillaire est proportionnelle à la racine carrée du rayon du tube et à la racine carrée du temps :

$$\ell_p^2 = \frac{r \gamma_L \cos \theta}{2 \eta} \cdot t$$

où  $\eta$  est la viscosité (N/m<sup>2</sup>.s)  
 $r$  est le rayon du capillaire (m)  
 $\gamma_L$  est la tension superficielle du liquide (N/m)  
 $t$  est le temps (s).

<sup>9</sup> dans le cas où on travaille dans un capillaire vertical, on doit tenir compte du poids du liquide qui s'oppose à la succion capillaire; il est la plupart du temps négligeable dans les fins capillaires tels que ceux rencontrés dans les bétons.

<sup>10</sup> c'est-à-dire principalement si on considère que la température est constante.

Si on assimile un corps poreux à un faisceau de capillaires parallèles de différents diamètres, disposés perpendiculairement à la surface d'un liquide, celui-ci sera aspiré avec une force attractive plus élevée par les petits capillaires, conformément à la formule de LAPLACE, mais pénétrera plus rapidement et en plus grande quantité dans les gros capillaires. Ainsi, chaque capillaire agit comme une ventouse dont la force de succion est inversement proportionnelle à son rayon, la capacité d'absorption proportionnelle à son rayon.

L'équation de WASHBURN exprime encore que la hauteur de pénétration augmente lorsque :

- la viscosité de la couche d'apport diminue;
- l'énergie libre de surface du liquide augmente;
- l'angle de contact se rapproche de zéro.

Ces deux dernières conditions sont contradictoires et nécessitent donc la recherche d'un équilibre. Plusieurs remarques s'imposent au sujet de la loi de WASHBURN :

- si on considère l'effet de l'angle de contact et de la forme des pores - nous avons considéré jusqu'ici des capillaires parfaitement cylindriques sur la remontée capillaire - la figure ci-après montre l'évolution de la hauteur de pénétration d'un liquide dans deux formes de pores différents [34]. Dans le cas de pores cylindriques, aux faibles valeurs de l'angle de contact, la pénétration  $\ell_p$  est bonne; elle chute rapidement dès que  $\theta$  augmente. Le comportement est tout à fait différent pour des pores en "bouteille" où la pénétration est nettement limitée et s'annule rapidement.

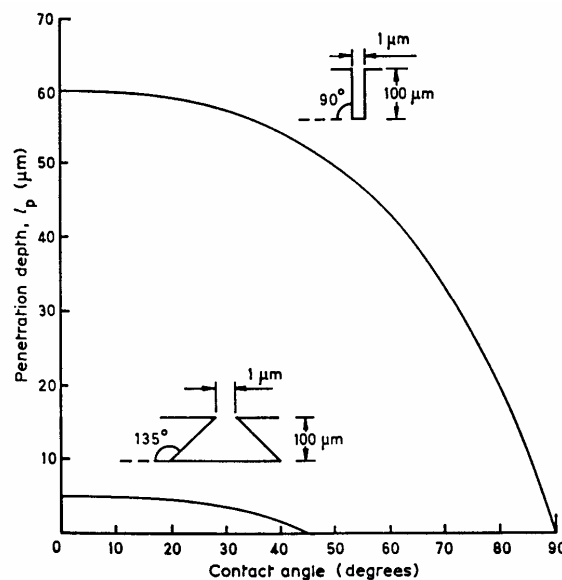


Figure 27 : comparaison de la pénétration d'un liquide dans des pores cylindriques et "en bouteille"

La détermination de la forme des pores et de leur extrémité a donc toute son importance.



- la valeur de l'angle de contact n'est pas constante dans le temps : elle diminue en général avec le temps jusqu'à atteindre une valeur d'équilibre, cet équilibre étant atteint d'autant plus rapidement que la température est élevée. Il est possible d'exprimer le rapport entre l'angle de contact au temps  $t$  et sa valeur à l'équilibre (temps  $\infty$ ) à partir de l'équivalence température-temps suivant la relation [34] :

$$\cos \theta_t = \cos \theta_\infty \left( 1 - k_1 e^{-k_2 t} \right)$$

où  $k_1$  et  $k_2$  sont des constantes, avec :

$$k_2 = \frac{\gamma_L}{\eta L}$$

où  $L$  est un paramètre tenant compte des interactions apport/support.

Cette approche confirme qu'un mouillage rapide est favorisé par un adhésif possédant un angle de contact faible, et en plus une tension superficielle élevée et une faible viscosité : nous avons déjà mentionné cette contradiction précédemment. Cette relation montre néanmoins l'importance du rapport  $\gamma_L / \eta$  dans la cinétique du mouillage, et pas seulement la valeur de la viscosité.

En combinant la relation de dépendance température-temps de l'angle de contact avec l'équation de WASHBURN, on obtient :

$$\ell_p^2 = \frac{r_o \gamma_L \cos \theta_\infty}{2 \eta} \left[ t - \frac{k_1}{k_2} + \frac{k_1 e^{-k_2 t}}{k_2} \right]$$

La valeur de  $\theta$  au temps  $t$  étant plus grande que celle à l'équilibre  $\theta_\infty$ , cela conduit à une hauteur de pénétration plus faible que si l'on se trouvait à l'équilibre.

### 3.1.4. APPLICATION A LA BARBOTINE ET AU SUPPORT EN BETON

Nous devons mettre en évidence l'effet du temps, et éventuellement de la température sur la cinétique de contact entre la barbotine et le support en béton. La question fondamentale est donc de savoir à quelle vitesse le support est capable d'absorber, par l'effet des pressions capillaires, tout ou partie de la phase liquide de la barbotine; cette pénétration éventuelle va donc dépendre des facteurs déjà cités et qui sont liés à l'état du support et de la couche d'apport.

Pour ce qui concerne la barbotine, nous devons donc établir des relations du type :

$$\eta = f(t)$$

$$\gamma_L = f(t)$$

$$\theta = f(t)$$

Le support doit par ailleurs être caractérisé en termes de dimension des capillaires et de répartition granulométrique de ceux-ci.

### 3.2. Stabilité dimensionnelle

La réaction de prise et de durcissement d'un liant hydraulique - de même que la polymérisation du liant résineux réactif - s'accompagnent de dégagement de chaleur et de retrait dans la couche d'apport. Dans la mesure où le béton support empêche ou restreint les déformations du béton jeune, il va y avoir développement de contraintes à l'interface. Les considérations qui suivent ne concernent plus directement les conditions de création de l'interface mais plutôt les conditions de *maturation* : l'interface est créée et divers phénomènes vont se produire à ce moment et jusqu'à la mesure de l'adhérence à 28 jours. Ces événements, liés à la nature des matériaux, risquent dans la plupart des cas, et quand ils ne sont pas maîtrisés, d'agir sur l'interface en créant, a posteriori, des décollements, des gonflements, ... Ils permettent aussi d'expliquer certaines situations dans lesquelles, même si les conditions de mouillage sont bonnes, l'adhérence est mauvaise.

Lorsque la couche d'apport est appliquée sur le béton support, la réaction d'hydratation du liant hydraulique se produit et l'on observe un dégagement de chaleur. La barbotine de ciment ou le mortier de la couche d'apport ont tendance à s'expanser, ce qui est empêché par le béton support et provoque l'apparition de contraintes de compression dans le mortier de réparation : ces contraintes restent faibles car le mortier est toujours dans un état plastique.

Lors du refroidissement, les propriétés mécaniques du mortier deviennent de plus en plus élevées, et en particulier le module E; ce phénomène va de pair avec une relaxation des contraintes de plus en plus faibles, ce qui peut entraîner l'apparition de contraintes de traction dans le mortier d'apport et à l'interface. Ces effets s'ajoutent à ceux des retraits plastiques et hydrauliques.

Les conditions de maturation, de conservation ou de réalisation vont donc influencer grandement la stabilité et l'efficacité de la réparation. Le choix d'un matériau présentant les mêmes caractéristiques que le support améliorera également la qualité finale du travail effectué.

#### 3.2.2. DILATATIONS THERMIQUES ET HYGROMETRIQUES

Les gradients de température peuvent provoquer d'importantes dégradations à l'interface. A titre d'exemple [12], une pluie froide tombant sur un béton support à 40°C provoque dans un mortier d'apport jeune de type CC et de 20 mm d'épaisseur des contraintes de traction jusque 10 N/mm<sup>2</sup> et des contraintes normales à l'interface dépassant la résistance à l'adhérence de plusieurs N/mm<sup>2</sup>.

Ce comportement est atténué lorsque l'épaisseur de la couche d'apport augmente; en ce qui concerne plus directement le comportement dans le temps, c'est le rapport entre les coefficients de dilatation linéaire respectifs du support et de la couche d'apport qui vont régir l'état de contrainte dans le matériau.

## 4. ANGLES DE CONTACT ET TENSIONS INTERFACIALES

### 4.1. Introduction

La tension superficielle de la couche d'apport détermine son aptitude au mouillage de la surface du substrat. Un mouillage adéquat permet d'améliorer l'importance de la surface de contact et donc l'adhésion.

La seconde loi de la thermodynamique nous apprend également qu'un système constitué de deux phases est stable dans des conditions données lorsque l'énergie locale dépendant des conditions précitées est minimum.

Pour la stabilité d'une interface "support en béton/barbotine", on fait l'hypothèse que cette tension interfaciale minimum correspond à :

- un maximum de résistance du joint;
- un maximum de durabilité du joint.

Il faut à nouveau rappeler la distinction que nous avons faite entre la formation de l'interface et la stabilité de l'interface : notre intérêt porte plus sur les conditions que sur le résultat et, par conséquent, sur les caractéristiques de la couche d'apport à l'état liquide. Les développements qui suivent se trouvent à la limite de ces considérations; certains auteurs [34] résolvent le problème en posant que la tension superficielle de la couche d'apport ne varie pas quand le matériau passe de l'état liquide à l'état solide après la prise ou la polymérisation. Nous n'irons pas jusque là et nous veillerons seulement à rechercher la relation éventuelle entre les propriétés thermodynamiques de la couche d'apport liquide et du support, et la mesure d'adhérence.

### 4.2. Lois fondamentales et conditions d'étalement

Quelques considérations analytiques vont permettre de définir un certain nombre de paramètres à mettre en évidence afin de définir plus clairement les conditions de création et de stabilité de l'interface.

Le travail d'adhésion s'exprime sous forme de l'énergie nécessaire pour séparer la couche d'apport du support en béton (relation de YOUNG-DUPRE) :

$$W_A = \gamma_L + \gamma_{SV} - \gamma_{SL}$$

dans laquelle  $\gamma_{SL}$ ,  $\gamma_L$  et  $\gamma_{SV}$  sont respectivement la tension interfaciale et les tensions superficielles de la couche d'apport et du support en contact avec la vapeur de la couche d'apport.

En introduisant la relation de YOUNG :

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_L \cos \theta$$

nous obtenons :

$$W_A = \gamma_L (1 + \cos \theta)$$

La condition pour qu'il y ait étalement peut s'exprimer simplement en posant que, pour qu'il y ait mouillage de la surface solide par le liquide, il faut que le travail d'adhésion soit supérieur au travail de cohésion :

$$W_A > W_C$$

dans laquelle  $W_C = 2 \gamma_L$ .

On peut définir le *coefficient d'étalement* :

$$\begin{aligned} S &= W_A - W_C \geq 0 \\ &= \gamma_S + \gamma_L - \gamma_{SL} - 2 \gamma_L \geq 0 \\ &= \gamma_S - \gamma_L - \gamma_{SL} \geq 0 \end{aligned}$$

En introduisant la relation de YOUNG-DUPRE, on trouve :

$$S = \gamma_L (\cos \theta - 1) \geq 0$$

Si S est négatif, le mouillage est imparfait et l'angle de contact  $\theta$  est défini par l'équation d'équilibre; si S est positif, la résolution de l'équation est impossible, ce qui signifie que le mouillage est parfait et  $\theta = 0$ .

### 4.3. Définitions et expressions analytiques des paramètres interfaciaux

ZISMAN a trouvé expérimentalement que, pour la plupart des supports, il existe une relation linéaire<sup>11</sup> entre  $\cos \theta$  et  $\gamma_L$ , ce qui permet d'écrire :

$$\cos \theta = \begin{cases} (1 + m) - m \frac{\gamma_L}{\gamma_C} & \text{pour } \gamma_L > \gamma_C \\ 1 & \text{pour } \gamma_L \leq \gamma_C \end{cases}$$

avec  $m$  et  $\gamma_C$  définis tels que dans la Figure 28.

<sup>11</sup> GUTOWSKI [56, 61, 62] a montré que l'on pouvait en général, faire l'hypothèse d'une relation linéaire lorsque  $0,6 < \cos \theta < 1$ .

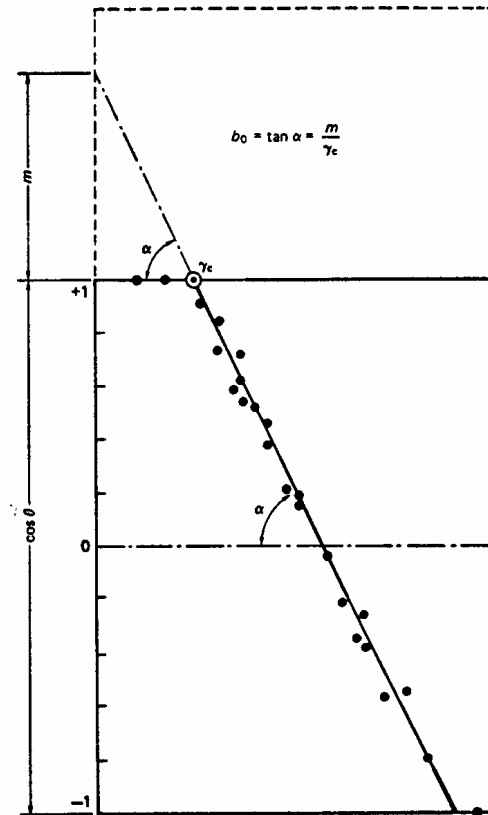


Figure 28 : illustration graphique de la mouillabilité d'un substrat approximée par une relation linéaire, avec explication du sens de  $m$  comme intercepte avec l'axe  $\cos \theta$

En introduisant l'équation de YOUNG-DUPRE :

$$\gamma_{SL} = \begin{cases} \gamma_S - \gamma_L (1 + m) + m \frac{\gamma_L^2}{\gamma_C} & \text{pour } \gamma_L > \gamma_C \\ \gamma_S - \gamma_L & \text{pour } \gamma_L \leq \gamma_C \end{cases}$$

L'obtention d'un minimum peut être obtenu en différentiant l'équation par rapport à  $\gamma_L$  c'est-à-dire :

$$\frac{\partial \gamma_{SL}}{\partial \gamma_L} = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial^2 \gamma_{SL}}{\partial \gamma_L^2} > 0$$

On obtient (pour  $m \leq 1$ ) :

$$\gamma_{SL}^{min} = \gamma_S - \frac{\gamma_C (1 + m)^2}{4 m}$$

pour une valeur de :

$$\gamma_L = \frac{\gamma_C (1 + m)}{2 m}$$

Si  $m > 1$ , à partir de l'expression de  $\gamma_{SL}$ , on a :

$$\gamma_{SL}^{min} = \gamma_S - \gamma_C \quad \text{pour } \gamma_L = \gamma_C$$

Dans le domaine de la science de l'adhésion, on a l'habitude d'utiliser, pour des raisons analytiques [62], des grandeurs sans dimensions telles que :

$$\begin{aligned} [W_A / \gamma_L] &\rightarrow \text{travail relatif d'adhésion} \\ [\gamma_{SL} / \gamma_L] &\rightarrow \text{tension interfaciale relative} \\ [\gamma_S / \gamma_L] &\rightarrow \text{module d'énergie du système.} \end{aligned}$$

Cela permet de réécrire le couple d'équations sous la forme :

$$\gamma_{SL} / \gamma_S = \begin{cases} 1 - \gamma_L / \gamma_S (1+m) + m \frac{\gamma_L^2}{\gamma_S \cdot \gamma_C} & \text{pour } \gamma_L > \gamma_C \\ 1 - \gamma_L / \gamma_S & \text{pour } \gamma_L \leq \gamma_C \end{cases}$$

$$\gamma_{SL} / \gamma_L = \begin{cases} \gamma_S / \gamma_L + m \frac{\gamma_L}{\gamma_C} - (1+m) & \text{pour } \gamma_L > \gamma_C \\ \frac{\gamma_S}{\gamma_L} - 1 & \text{pour } \gamma_L \leq \gamma_C \end{cases}$$

La compréhension des équations n'en sera qu'améliorée si on remplace le module d'énergie du système  $\gamma_S / \gamma_L$  par le symbole **a**. D'autre part, il vient de l'équation de ZISMAN qu'une mouillabilité automatique du système se produira lorsque le rapport entre les tensions interfaciales  $\gamma_S$  et  $\gamma_L$  atteint une valeur pivot donnée par

$$\gamma_S / \gamma_L = a_S = \frac{1}{\phi_o^2}$$

où  $\phi_o$  représente le facteur de liaison effective, défini par GOOD et GIROFALCO [61], et qui est une constante pour un solide donné.

$$\phi_o = \sqrt{\frac{\gamma_C}{\gamma_S}}$$

Nous pouvons donc réécrire les équations :

$$\gamma_{SL} / \gamma_S = \begin{cases} 1 + \frac{m a_S}{a^2} - \frac{1+m}{a} & \text{pour } 0 < a < a_S \\ 1 - \frac{1}{a} & \text{pour } a \geq a_S \end{cases}$$

ou

$$\gamma_{SL} / \gamma_L = \begin{cases} a - (1+m) - \frac{m a_S}{a} & \text{pour } 0 < a < a_S \\ a - 1 & \text{pour } a \geq a_S \end{cases}$$

Il s'ensuit que l'analyse de la performance du joint passe par la minimisation de  $\gamma_{SL}$  et de  $\gamma_{SL}/\gamma_S$ , ce qui se produit pour :

$$a_{min} = \left( \frac{\gamma_S}{\gamma_L} \right)_{min} = \begin{cases} \frac{2m}{(1+m)\phi_o^2} & \text{pour } m \leq 1 \\ \frac{1}{\phi_o^2} & \text{pour } m > 1 \end{cases}$$

Comme nous l'avons déjà expliqué, l'analyse de la performance du joint est basée sur les conditions de mouillabilité du substrat par l'adhésif liquide. En fonction des informations que l'on peut obtenir et/ou calculer à partir des développements analytiques que nous venons d'exposer, la procédure suivante est proposée :

- (1) module d'énergie du système :  $a = \gamma_S/\gamma_L$
- (2) facteur de liaison effective :  $\phi_o = \sqrt{\gamma_C/\gamma_S}$
- (3) valeur pivot du module d'énergie pour une mouillabilité complète :  $a_s = 1/\phi_o^2 = \gamma_S/\gamma_C$
- (4) énergie interfaciale relative  $\gamma_{SL}/\gamma_S$
- (5) module d'énergie correspondant à la de  $\gamma_{SL}$

Si les caractéristiques de mouillabilité du substrat sont inconnues, on suppose généralement [56] que  $m = 1$  et  $\gamma_S = \gamma_C$ , d'où il découle que  $\gamma_{SL}$  est minimisé pour  $a_{min} = 1$  et le seuil de mouillabilité  $a_s = 1$ . La relation est alors simplifiée :

$$\gamma_{SL}/\gamma_S = \begin{cases} \left(1 - \frac{1}{a}\right)^2 = \left(1 - \frac{\gamma_L}{\gamma_S}\right)^2 \\ 1 - \frac{1}{a} = \left(1 - \frac{\gamma_L}{\gamma_S}\right) \end{cases}$$

et  $\gamma_{SL}^{min} = 0$  pour  $a_{min} = 1$ .

C'est ici que la remarque faite en introduction prend toute son importance : peut-on remplacer  $\gamma_L$  par  $\gamma_L^C$ , c'est-à-dire la tension superficielle du liquide durci ou polymérisé dans les relations que nous venons d'établir.

Cela revient à dire que l'on considère que l'adhésif, qui se trouve dans un état solide, est capable de s'étaler "fictivement" à la surface du support solide et de la mouiller plus ou moins parfaitement, en fonction de la valeur d'un angle de contact imaginaire.

La tentation est forte et certains auteurs [34] [56] n'ont pas hésité à la franchir en posant que  $\gamma_L^C = \gamma_L$  et que  $\gamma_{SL}$  est toujours une fonction linéaire de  $\gamma_L^C$  pour  $\gamma_L^C > \gamma_C$  et égal à  $\gamma_S - \gamma_L^C$  pour  $\gamma_L^C \leq \gamma_C$ .

Le paragraphe qui suit illustre la démarche suivie par GUTOWSKI.

#### 4.4. Relations entre adhérence et paramètres thermodynamiques

Ce qui intéresse finalement l'ingénieur est d'obtenir, pour une liaison donnée, une valeur optimale de la résistance à la rupture. Quelle peut être la relation entre cette adhérence et les principaux paramètres que nous venons d'explicitier ? L'objet de ce chapitre est de faire part des observations forcément expérimentales réalisées sur des joints de nature différente, mais malheureusement jamais en relation avec le béton.

Des observations intéressantes peuvent être réalisées quand on met en relation la résistance<sup>12</sup> et le module d'énergie du système [56], à savoir :

$$\tau = f\left(a = \frac{\gamma_S}{\gamma_L^C}\right)$$

ainsi que l'énergie interfaciale relative

$$\tau = f\left(\frac{\gamma_{SL}}{\gamma_L^C}\right)$$

Ce genre de relations a été établie pour des supports métalliques ou non et il apparaît clairement que la résistance maximum obtenue correspond à une valeur de  $a = \frac{\gamma_S}{\gamma_L^C} = 1$ ; au-delà et en deçà de  $a = 1$ , la résistance chute rapidement (plus rapidement pour  $a < 1$  que  $a > 1$ ).

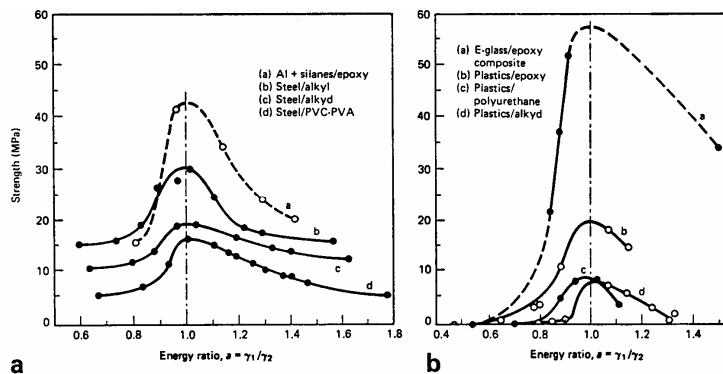


Figure 29 : relation entre la résistance du joint et le module d'énergie  
(a) systèmes avec supports métalliques;  
(b) systèmes avec supports non métalliques [56]

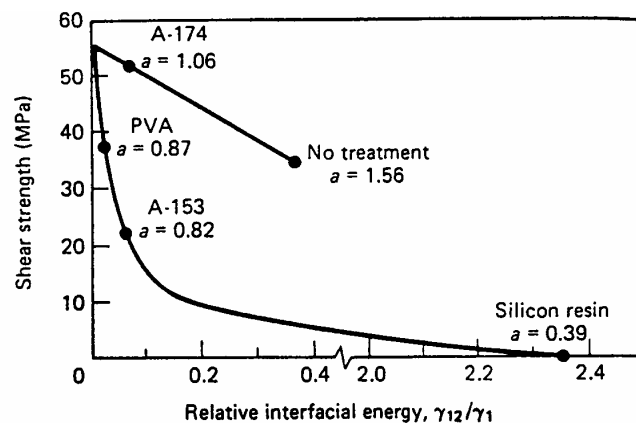
<sup>12</sup> il s'agit dans ce cas de la contrainte de cisaillement à la rupture car mesurée sur joint à simple ou double recouvrement.



La relation entre énergie interfaciale relative et adhérence est illustrée par des essais réalisés sur un composite fibres de verre/résine époxy, les fibres de verre ayant subi différents traitements de surface (rinçage à l'eau, silanes, silicones ou polyvinylacétate). Le traitement subi par les fibres donne lieu à des résultats variables, essentiellement liés à la valeur de  $a$ .

La condition thermodynamique d'énergie interfaciale minimum, c'est-à-dire correspondant à un module d'énergie minimum, induit que la relation  $\tau = f\left(\frac{\gamma_{SL}}{\gamma_S}\right)$  est caractérisée par deux branches :

- une courbe inférieure, quasi hyperbolique, pour des systèmes dont le module d'énergie est inférieur à  $a_{\min}$ ;
- une courbe supérieure, pour les systèmes dont le module d'énergie est supérieur à  $a_{\min}$ .



**Figure 30 :** relation  $\tau = f\left(\frac{\gamma_{SL}}{\gamma_S}\right)$  pour un composite verre E/résine polyester, avec différents traitements de surface des fibres de verre [56]

En résumé, et d'un point de vue thermodynamique, la résistance à l'interface d'un joint peut s'exprimer sous la forme :

$$\tau = f[\gamma_{SL} = f_2(\gamma_S, \gamma_L, \phi_o, m)]$$

Mais la connaissance de la tension interfaciale et sa minimisation ne sont pas suffisantes pour prédire le comportement du joint : il faut aussi que le module d'énergie soit connu puisque, pour une valeur de  $\gamma_{SL}$ , de  $\frac{\gamma_{SL}}{\gamma_S}$  ou de  $\frac{\gamma_{SL}}{\gamma_L}$ , il existe deux valeurs possibles de module d'énergie.

#### 4.5. Procédures d'évaluation des énergies interfaciales

Rappelons que l'on considère que la tension interfaciale est la somme d'un terme dû aux forces de dispersion  $\gamma^d$  et d'un second terme dû à d'autres forces dites polaires  $\gamma^p$ . Les deux composantes sont déterminées à partir de l'angle de contact de liquides appropriés.

Il existe alors deux cadres théoriques distincts, suivant que l'on considère que la tension interfaciale  $\gamma_{SL}$  peut être déterminée à partir de la moyenne géométrique (OWENS et WENDT) ou de la moyenne harmonique (WU) des composantes propres au support et à la couche d'apport.

OWENS et WENDT :

$$\gamma_{SL} = \gamma_L + \gamma_S - 2 \left( \gamma_L^d \cdot \gamma_S^d \right)^{1/2} - 2 \left( \gamma_L^p \cdot \gamma_S^p \right)^{1/2}$$

WU :

$$\gamma_{SL} = \gamma_L + \gamma_S - 4 \frac{\gamma_L^d \gamma_S^d}{\gamma_L^d + \gamma_S^d} - 4 \frac{\gamma_L^p \gamma_S^p}{\gamma_L^p + \gamma_S^p}$$

La logique de la méthode de travail peut être résumée comme suit [35] :

- on considère que la tension superficielle d'un liquide X choisi n'est déterminée que par des forces de dispersion;
- on choisit des solides de référence pour lesquels on admet que l'énergie superficielle est entièrement déterminée par des forces de dispersion;
- en mesurant l'angle de contact de certains liquides sur ces solides de référence, on détermine la composante de dispersion et la composante polaire de la tension superficielle de ces liquides;
- en mesurant l'angle de contact de liquides sur des solides à caractériser, on détermine les deux composantes de la tension interfaciale de ces derniers.

Cette procédure de travail sera illustrée dans le cadre du chapitre VIII.

Des variantes peuvent exister suivant que l'on pose ou non égale à zéro la pression d'étalement, c'est-à-dire la chute d'énergie superficielle résultant de l'adsorption de vapeur sur le solide lorsque l'on mesure l'angle de contact d'un liquide sur ce solide.

Notons enfin que les méthodes d'OWENS/WENDT et WU ne donnent en général pas de différence significative quant à la valeur de la tension interfaciale des solides de référence (par exemple : parafilm, polypropylène ou polyéthylène) ni quant à la valeur de la composante de dispersion de l'énergie de surface de différents liquides (eau, glycérol, éthylène-glycol,...).

Il faut néanmoins se rendre compte que, si la détermination de la tension superficielle d'un solide est attractive quant à la compréhension des phénomènes interfaciaux, la valeur absolue des résultats est en général tributaire de la méthode utilisée, chaque méthode imposant des approximations et aucune méthode ne s'imposant par rapport aux autres. En conséquence, les fonctions déduites des mesures de tension interfaciale, comme le travail d'adhésion, ne sont pas fiables dans l'absolu et ne peuvent servir qu'à des fins comparatives [35].

Tenant compte des observations faites par OWENS et WENDT, on peut réécrire l'expression du travail d'adhésion moyennant la connaissance des différentes tensions interfaciales et leurs composantes.

$$\begin{aligned}
 W_A &= \gamma_L + \gamma_S - \gamma_{SL} \\
 &= 2 \left( \gamma_L^d \gamma_S^d \right)^{1/2} + 2 \left( \gamma_L^p \gamma_S^p \right)^{1/2}
 \end{aligned}$$

Un certain nombre de ces composantes se trouvent dans la littérature [34, 49]; les autres ont été déterminées suivant la procédure décrite plus haut avec des liquides dont on connaît l'énergie de surface et des mesures d'angles de contact, en combinant la relation de YOUNG-DUPRE avec l'expression d'OWENS et WENDT, pour obtenir l'équation de OWENS et WENDT modifiée :

$$\gamma_S - \gamma_L \cos \theta = \gamma_L + \gamma_S - 2 \left[ \left( \gamma_S^d \gamma_L^d \right)^{1/2} + \left( \gamma_S^p \gamma_L^p \right)^{1/2} \right]$$

$$1 + \cos \theta = \frac{2}{\gamma_L} \left[ \left( \gamma_S^d \gamma_L^d \right)^{1/2} + \left( \gamma_S^p \gamma_L^p \right)^{1/2} \right]$$

La tension superficielle des liquides peut être déterminée au moyen d'un tensiomètre et les angles de contact au goniomètre (voir chapitre VIII).

Connaissant les valeurs des composantes polaires et de dispersion de deux liquides, on peut résoudre le système des deux équations à deux inconnues ( $\gamma_S^d$  et  $\gamma_S^p$ ) en mesurant  $\theta$ .

## 5. FACTEURS LIÉS AUX CONDITIONS D'APPLICATION

L'influence de la température, du taux d'humidité de l'air ou de la teneur en eau du support, ainsi que des conditions de maturation de la couche d'apport sont en général bien connues et ont d'ailleurs déjà été mentionnées et envisagées dans les chapitres précédents.

La dextérité de l'applicateur joue aussi un rôle non négligeable sur les valeurs d'adhérence obtenues. Celle-ci constitue d'ailleurs l'un des critères dans la procédure d'homologation de l'applicateur.

Il est assez curieux de constater que la sensibilité d'un mortier à ce facteur humain est d'autant plus grande que son adhérence est limitée par rapport aux spécifications imposées. Pour illustrer ce propos, nous reprenons, ci-après, un tableau donnant les valeurs d'adhérence obtenues pour différentes conditions d'applications et/ou différents applicateurs.

Le cas envisagé concerne l'application d'un mortier de type PCC sur dalles au plafond à 25°C.

L'application a été réalisée le même jour, avec les mêmes conditionnements, par 4 applicateurs différents :

**Tableau 6 : adhérence-traction sur dalle support (différents applicateurs)**

Applicateur	Adhérence-traction moyenne (N/mm <sup>2</sup> )
A	1,60
B	2,60

L'applicateur A a effectué un serrage suivi d'un lissage, afin d'assurer une planéité élevée à la couche d'apport. L'applicateur B a effectué un simple serrage.

Pour chaque applicateur, nous avons procédé à un carottage complémentaire afin d'effectuer une analyse microscopique. Cette analyse a été effectuée sur lame mince, après imprégnation par une résine avec un pigment fluorescent.

Les observations, effectuées en lumière U.V. afin de visualiser les porosités (photos 1 et 2) montrent clairement que :

- pour l'applicateur A : fines fissures parallèles à l'interface ou à quelques microns dans le mortier et poches d'eau à l'interface;
- pour l'applicateurs B : bonne continuité à l'interface et bulles d'air bien réparties.

A (photo 1)

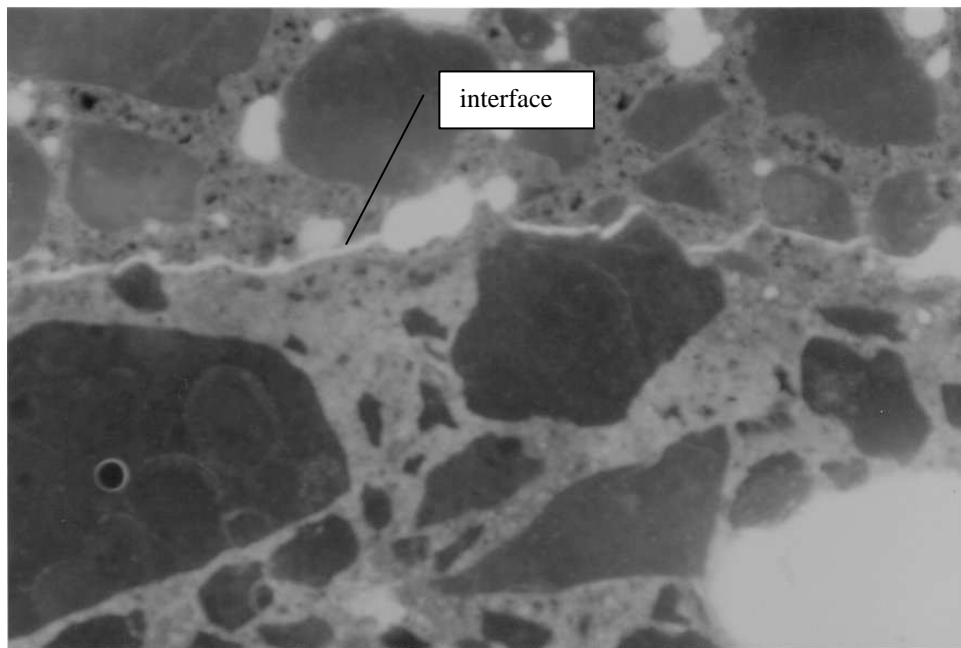
fines fissures parallèles à l'interface, juste à l'interface ou à quelques  $\mu\text{m}$  dans le mortier + poches d'eau allongées à l'interface.

B (photo 2) :

bonne continuité à l'interface - bulles bien réparties.

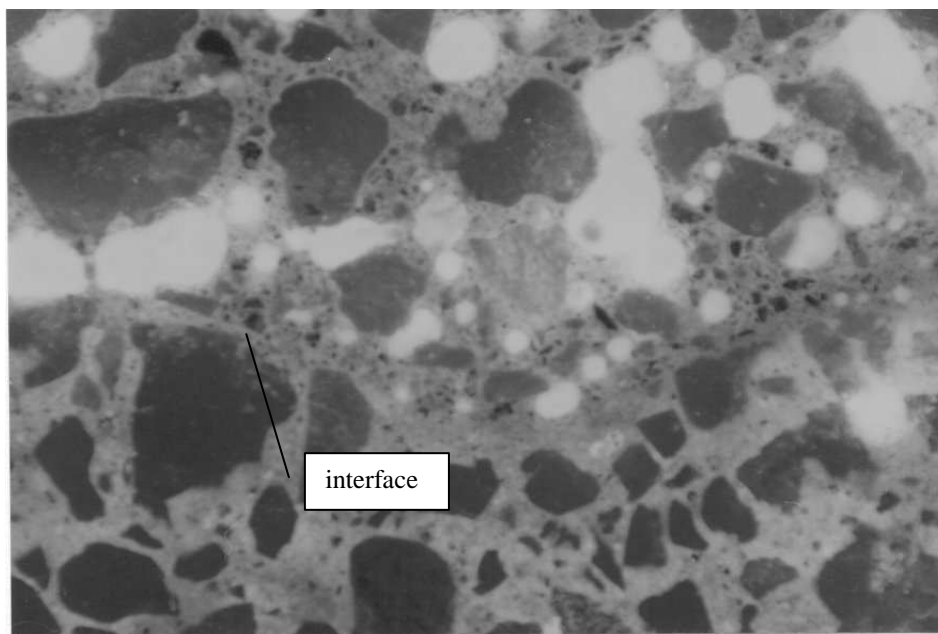
L'influence de la mise en oeuvre est ainsi, si besoin en était, démontrée par la présence de structures discontinues, parallèles à l'interface entre la couche d'apport et le support, induites par un lissage circulaire.

***Photo 1 : applicateur A - interface mortier/support***



180  $\mu\text{m}$

*Photo 2 : applicateur B - interface mortier/béton support*



180  $\mu\text{m}$

## 6. RECAPITULATION DES PARAMETRES

Ces réflexions nous ont permis de mettre en évidence les phénomènes se déroulant à l'interface et d'en déduire les paramètres fondamentaux et essentiels influençant ces phénomènes. Ces paramètres peuvent à leur tour être définis à partir des propriétés des matériaux et le Tableau 7 ci-après reprend ces principales grandeurs.

Tous ces paramètres ne sont bien entendu pas indépendants les uns des autres :

- la relaxation des contraintes  $R_A$  dépend du liant, de la teneur en liant,...
- le coefficient de dilatation thermique, le coefficient d'absorption capillaire ou de résistance à la diffusion de la vapeur d'eau, dépendent du type de liant et de sa teneur dans la couche d'apport;
- de nombreux paramètres dépendent du temps ( $A_{CA}$ ,  $\eta$ ,  $R_A$ ), de la température ( $E_A$ ,  $\eta$ ) ou de la présence d'eau.

Tableau 7 : paramètres et propriétés intervenant dans la création et le fonctionnement de l'interface

Paramètre	Propriété	Symbole
<u>Support :</u>		
énergie de surface	tension superficielle	$\gamma_s$
rugosité	surface réelle	$r_f$
porosité	absorption d'eau	A
capillarité	coefficient d'absorption capillaire	$A_{CA}$
taux de saturation	teneur en eau	[e]
caractéristiques mécaniques	cohésion superficielle, module E	$\sigma, E_s$
caractéristiques de l'eau interstitielle	analyse chimique	I
<u>Apport :</u>		
énergie de surface	tension superficielle,	$\gamma_L$
	tension interfaciale	$\gamma_{SL}$
	angle de contact,	$\theta$
	travail d'adhésion,	$W_A$
	facteur de liaison effective	$\phi_o$
durcissement du liant	prise et durcissement	$t_p$
cinétique de contact	viscosité	$\eta$
	teneur en liant	E/C
	temps	t
	température	T
dilatations thermiques	coefficient de dilatation thermique	$\alpha$
retrait	teneur en eau	E/C
	température, humidité	T, H.R.
	caractéristiques géométriques	x
porosité, capillarité	absorption d'eau	A
	coefficient d'absorption capillaire	$A_{CA}$
	coefficient de résistance à la diffusion de la vapeur d'eau	$\mu$
caractéristiques mécaniques	cohésion	$\sigma_A$
	module E	$E_A$
	relaxation des contraintes	$R_A$
<u>Environnement :</u>		
conditions hygrothermiques du support et de l'air	température,	T
	humidité relative	H.R.
conditions de maturation	température, humidité, protection	M
application	pression	P
facteurs humains	-	$F_H$

Une classification plus conforme à la distinction que nous souhaitons faire entre l'appétence et les paramètres qui jouent au niveau de la maturation des produits nous impose de trouver la réponse à trois questions :

- quels sont les paramètres qui conditionnent le rapprochement de la couche d'apport et du support ?
- quels sont les paramètres et phénomènes qui conditionnent la création des liaisons ?
- quels sont les paramètres et phénomènes qui conditionnent le renforcement ou la dégradation des liaisons ?

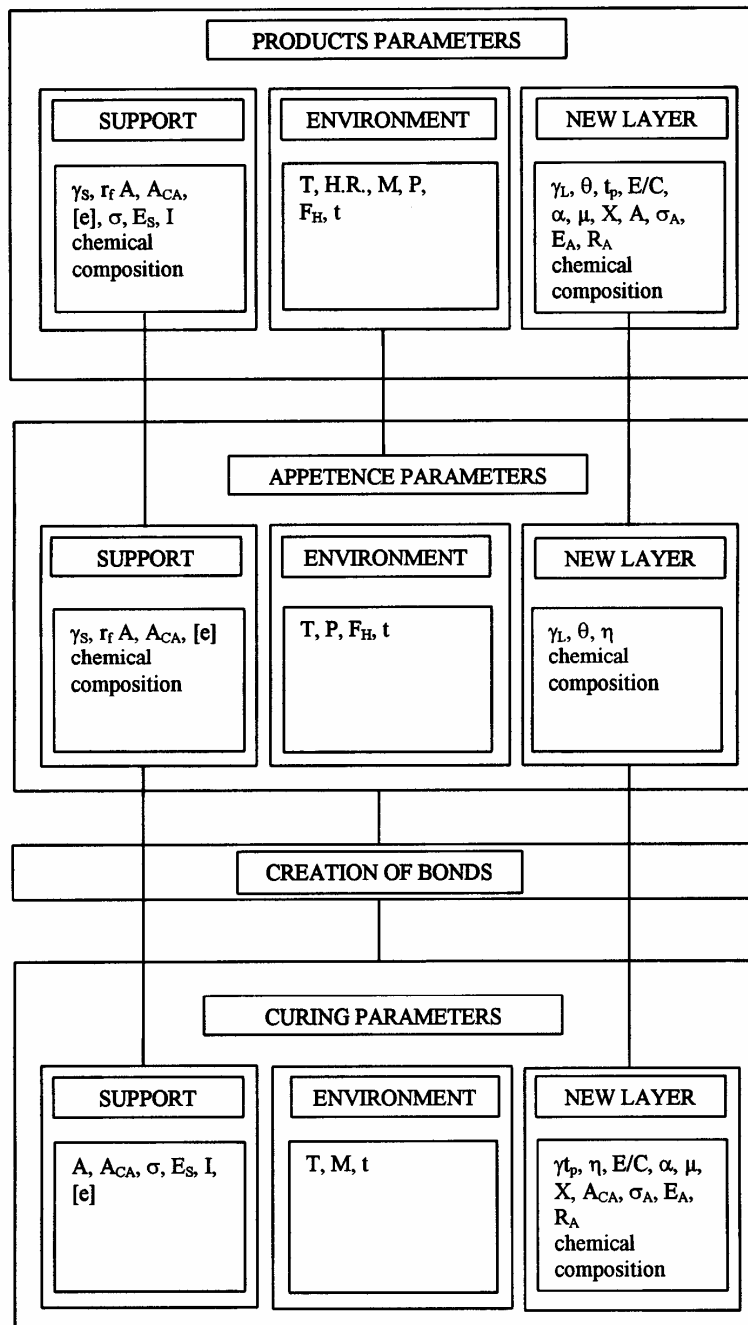


Figure 31 : organigramme séquentiel de la formation de l'interface

L'appétence peut donc être définie principalement en fonction de :

- les propriétés thermodynamiques du liquide et du solide qui vont caractériser la mouillabilité du support;
- la rugosité de surface, qui va agir non seulement au niveau de la mouillabilité du support par son action sur la valeur de l'angle de contact et aussi sur la surface spécifique;
- l'absorption capillaire, qui va dépendre de la porosité de surface du support mais aussi des propriétés thermodynamiques et de la viscosité de la couche d'apport;
- la composition chimique, qui va agir au niveau des interactions potentielles entre liquide et solide.

Le chapitre V est consacré à la définition des caractéristiques physiques et mécaniques du support, tandis que le chapitre VII sera consacré à l'analyse de la rugosité de surface, le chapitre VIII aux propriétés thermodynamiques et le chapitre IX aux phénomènes de transport à l'interface.



## CHAPITRE V

### CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX D'ESSAIS : IDENTIFICATION ET PERFORMANCES

#### 1. INTRODUCTION

Les précédents chapitres ont mis en évidence l'intérêt de mieux connaître les matériaux employés de façon à mieux les choisir et/ou les adapter au problème posé. Nous sommes en présence ici de deux produits on ne peut plus courants, le support en béton et la barbotine de ciment : ces deux produits devraient manifestement présenter une certaine *appétence* dans la mesure où ils sont fabriqués à partir des mêmes produits de base. Nous allons nous attacher ici à caractériser le plus précisément possible les matériaux en définissant les propriétés physiques, chimiques et mécaniques de chacun d'eux : c'est une démarche parfois fastidieuse mais toujours riche d'enseignement dans notre recherche de la définition de l'appétence.

#### 2. DESCRIPTION DES SUPPORTS D'ESSAIS

##### 2.1. Introduction

L'évaluation de l'adhérence d'une couche d'apport est mesurée en appliquant ce revêtement sur un béton support, dont les caractéristiques vont conditionner les propriétés mesurées.

Nous avons donc décidé d'appliquer la barbotine sur un seul type de support en béton, utilisé jusqu'à présent<sup>13</sup> dans les procédures d'homologation d'opérateurs et de produits de réparation. Ces supports sont préparés comme suit :

- surface coffrée, traitée par sablage;
- surface coffrée, traitée par polissage.

Nous avons déjà cité précédemment l'effet d'autres techniques de préparation; l'objet de notre étude est de mettre en évidence l'effet éventuel de l'interpénétration mécanique, et la comparaison entre les résultats d'adhérence obtenus sur dalle polie ou sablée, qui reste la technique la plus largement utilisée dans nos contrées, sera particulièrement instructive.

Comme indiqué dans le chapitre précédent, il convient de caractériser ces supports, de façon à pouvoir analyser l'influence de chaque paramètre.

---

<sup>13</sup> à l'heure actuelle, le projet de norme européenne prEN 1766 (mars 1995) précise plus clairement les caractéristiques des matériaux employés.

## 2.2. Caractéristiques du support en béton

Les supports utilisés pour les applications réalisées en laboratoire sont des dalles de béton préfabriquées 100 x 50 x 5 cm. Elles sont légèrement armées de manière à permettre leur manutention. Les matériaux employés sont :

- granulats 2/8 calcaires;
- sable 0/2;
- ciment CEM II B 32,5 (280 kg ciment/m<sup>3</sup> sable);
- eau (rapport E/C ≈ 0,5).

Cinq dalles sablées (repérées A) et cinq dalles polies (repérées NP) ont été utilisées pour la réalisation des essais. Sauf indications contraires, les essais décrits ci-après ont été réalisés sur des dalles fabriquées dans les mêmes conditions et avec les mêmes matériaux.

### 2.2.1. CARACTERISTIQUES MECANIQUES

#### 2.2.1.1. Résistance en compression

La résistance en compression a été évaluée sur des carottes de diamètre 50 mm, suivant la norme NBN B 15-220 (1969). La masse volumique est évaluée suivant la norme NBN B 15-221 (1969).

*Tableau 8 : résistance en compression des dalles-supports*

Eprouvette n°	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance en compression (N/mm <sup>2</sup> )
1	2,18	56,6
2	2,26	63,4
3	2,19	55,4
4	2,23	45,9
5	2,22	57
<b>Moyenne :</b>	<b>2,22</b>	<b>55,6</b>
<b>Ecart-type :</b>	<b>0,03</b>	<b>6,24</b>
<b>Coefficient de variation (%) :</b>	<b>1,35</b>	<b>11,2</b>

#### 2.2.1.2. Résistance en traction

La résistance en traction est mesurée comme décrit dans la norme NBN B 15-211 (1974), par collage d'une pastille métallique de 50 mm de diamètre sur la surface à tester. Nous n'avons pas effectué de pré-carottage sur la zone d'essai afin de ne pas altérer la surface par les eaux et boues de carottage; la résistance mesurée est donc légèrement surévaluée.

### Résultats

Toutes les dalles utilisées ont été testées et ont donné une résistance moyenne en traction de 4,16 N/mm<sup>2</sup>, avec un coefficient de variation de 15 %.

Commentaire : cette résistance est élevée et liée directement à la procédure d'essai qui ne prévoit pas de carottage du support; dans ce second cas, la résistance (cohésion) du béton avoisine les 3,5 N/mm<sup>2</sup>.

## 2.2.2. CARACTERISTIQUES PHYSIQUES

Les propriétés physiques sont fondamentales pour l'explication des phénomènes d'échanges à l'interface. Plusieurs notions peuvent être définies et en particulier :

- porosité ouverte et porosité fermée;
- taux d'imprégnation relative;
- absorption d'eau.

### 2.2.2.1. Notion de porosité

On définit la porosité ouverte par le produit de l'absorption d'eau par la masse volumique du béton étudié et la porosité totale par le produit de l'absorption d'eau sous vide par cette même masse volumique.

Le tableau ci-après donne les résultats de mesure d'absorption d'eau [NBN B 15-215 (1969)] et d'absorption d'eau sous vide [NBN B 24-213 (1976)].

*Tableau 9 : absorption d'eau sur dalles-supports*

Eprouvette n°	Absorption d'eau (%)	Absorption d'eau sous vide (%)
Dalle sablée		
A11	5,37	8,23
A12	5,49	9,36
A13	5,55	9,36
A14	5,56	9
<b>Moyenne :</b>	<b>5,49 en poids</b>	<b>8,99 en poids</b>
Dalle polie		
NP5.11	5,36	8,76
NP5.12	5,55	8,58
NP5.13	5,13	8,09
NP5.14	5,49	8,94
<b>Moyenne :</b>	<b>5,38 en poids</b>	<b>8,59 en poids</b>
Roche		
R1	0,18	0,20
R2	0,46	0,47
R3	0,18	0,21
<b>Moyenne :</b>	<b>0,27 en poids</b>	<b>0,29 en poids</b>

La roche dont question dans le tableau précédent est la matière de base servant à la fabrication des granulats entrant dans la composition des dalles de béton. Nous avons prélevé nous-mêmes dans les carrières LAMBRIGHS à Dolhain-Limbourg des blocs de granulométrie 80/150, à partir desquels nous avons réalisé les éprouvettes nécessaires à nos divers essais. On peut en déduire les porosités ouverte et fermée des matériaux. La porosité fermée est déduite de la différence entre porosité ouverte et porosité totale.

**Tableau 10 : porosités ouvertes et fermées des supports**

<b>Support</b>	<b>Porosité ouverte (% en volume)</b>	<b>Porosité fermée (% en volume)</b>	<b>Porosité totale (% en volume)</b>
Dalle sablée	12,19	7,77	19,96
Dalle polie	11,94	7,13	19,07
Roche*	0,72	0,06	0,78
* la masse volumique de la roche a été mesurée sur 3 échantillons et vaut 2,680 g/cm <sup>3</sup> .			

Que la dalle soit sablée ou polie, et l'on pouvait s'en douter, la porosité d'ensemble du support, c'est-à-dire celle qui tient compte de l'épaisseur du matériau, est la même dans les deux cas et semble relativement élevée.

#### 2.2.2.2. Coefficient d'absorption capillaire

L'essai classique est réalisé comme décrit dans la norme DIN 52617, sur des cubes de 5 cm de côté, prélevés sur les dalles de béton.

Les éprouvettes à tester sont immergées dans l'eau sur une hauteur de  $5 \pm 1$  mm; la variation de masse est mesurée après 5, 15, 30 et 45 minutes, de même qu'après 2, 6 et 24 heures. Les pesées se font sur des éprouvettes mouillées, après les avoir essuyées à l'aide d'une peau de chamois.

**Tableau 11 : mesure de l'absorption d'eau par capillarité suivant la DIN 52617 - variations de masse en grammes\***

<b>Temps (min)</b>	<b>Dalles sablées</b>	<b>Dalles polies</b>	<b>Roche</b>
5	1,03	1,37	0,05
10	1,26	1,9	0,06
15	1,48	2,24	0,07
30	1,81	2,78	0,08
45	2,15	3,18	0,1
60	2,30	3,57	0,11
120	2,89	4,53	0,13
180	3,28	5,22	0,14
360	4,05	5,69	0,16
1440	5,31	8,49	0,26

\* essai réalisé sur 3 éprouvettes.

Connaissant l'évolution de l'absorption d'eau par capillarité ( $E_c$ , en pourcents) en fonction du temps et l'absorption d'eau sous vide ( $E_v$ , en pourcents), on peut en déduire le *taux d'imprégnation relative* au temps  $t$  :

$$S_t = \frac{E_c}{E_v} \times 100$$

Cette grandeur, définie dans la norme NBN B 05-201 (1976), est particulièrement intéressante à calculer car elle permet de déterminer le comportement caractéristique du support vis-à-vis de l'eau et, comme nous le verrons plus tard, vis-à-vis des barbotines.

**Tableau 12 : taux d'imprégnation relative des dalles sablées, polies et de la roche - variation en pourcents**

<b>Temps (minutes)</b>	<b>Dalles sablées</b>	<b>Dalles polies</b>	<b>Roche</b>
5	7,3	9,43	10,36
10	7,96	12,92	14,90
15	8,61	15,25	15,67
30	11,06	18,86	17,99
45	13,34	21,54	19,84
60	14,89	24,21	21,68
120	19,34	30,73	29,17
180	22,14	35,39	32,54
360	30,53	40,92	42,65
1440	50,61	57,51	58,90

Il semble qu'apparaisse ici un comportement différent des dalles sablées et polies; ces dernières semblent absorber des quantités d'eau plus importantes par capillarité. Ce phénomène est détectable dès le départ de l'essai et se maintient tout au long de l'expérience.

Les raisons de ce comportement, que nous avons déjà par ailleurs observé avec BAUDOIN [90] au cours de son travail de fin d'études, peuvent être multiples et liées notamment à :

- la forme de l'embouchure des pores;
- la répartition granulométrique des capillaires en surface;
- la présence accidentelle d'un polluant en surface, qui limiterait la "surface" d'accès;
- un taux de carbonatation différent du support;
- la présence éventuelle de bulles d'air;
- ...

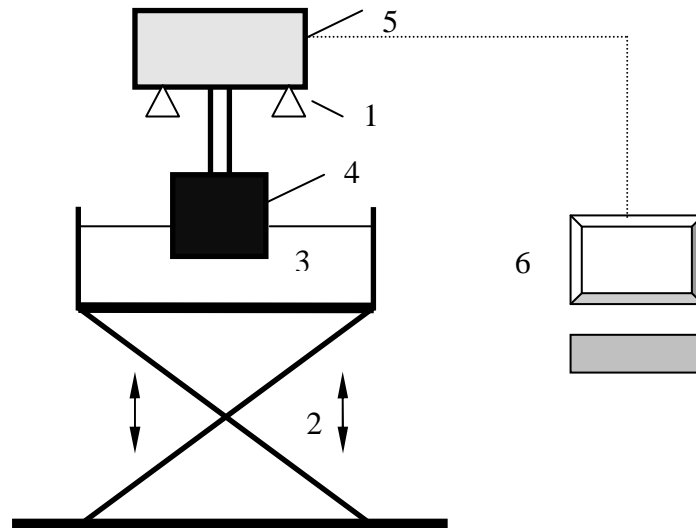
Ces hypothèses seront largement discutées dans la suite de ce travail.

Nous constatons d'autre part que le taux d'imprégnation est sensiblement le même pour les dalles polies et le granulat calcaire : cette observation signifie simplement que la pâte de ciment est remplie aussi rapidement que la roche, mais pas pour les mêmes raisons ni pour des quantités identiques, puisque la répartition granulométrique des pores est largement différente dans les deux cas.

### 2.2.2.3. Mesure de l'absorption capillaire en continu

L'essai décrit ci-avant ne permet pas de savoir ce qui se passe dès les premières secondes de mise en contact du support avec l'eau ou, plus exactement, avec la solution interstitielle de la barbotine de ciment qui est appliquée sur ce support. Or, c'est à ce moment que le contact se fait, que le liquide mouille la surface solide et remonte dans les capillaires du support.

C'est pourquoi, nous avons imaginé et mis au point un essai qui permet l'enregistrement en continu de la prise de poids de l'échantillon sous l'effet de la remontée capillaire. Le principe de cet essai est décrit dans le schéma suivant.



1. Support métallique
2. Support amovible
3. Récipient rempli du liquide
4. Eprouvette  $\pm 45 \times 45 \times 45$  mm
5. Balance
6. Système d'enregistrement

**Figure 32 : mesure de la remontée capillaire en continu**

Les échantillons sont classiquement des cubes de section  $45 \times 45 \times 45$  mm, dont les parois latérales ont été revêtues d'une peinture époxy empêchant toute pénétration ou évaporation d'eau.

Nous avons réalisé cet essai sur les échantillons de roche, de dalle sablée et de dalle polie. Les graphiques ci-après donnent les résultats d'enregistrement entre 0 et 60 secondes et entre 0 et 40 minutes.

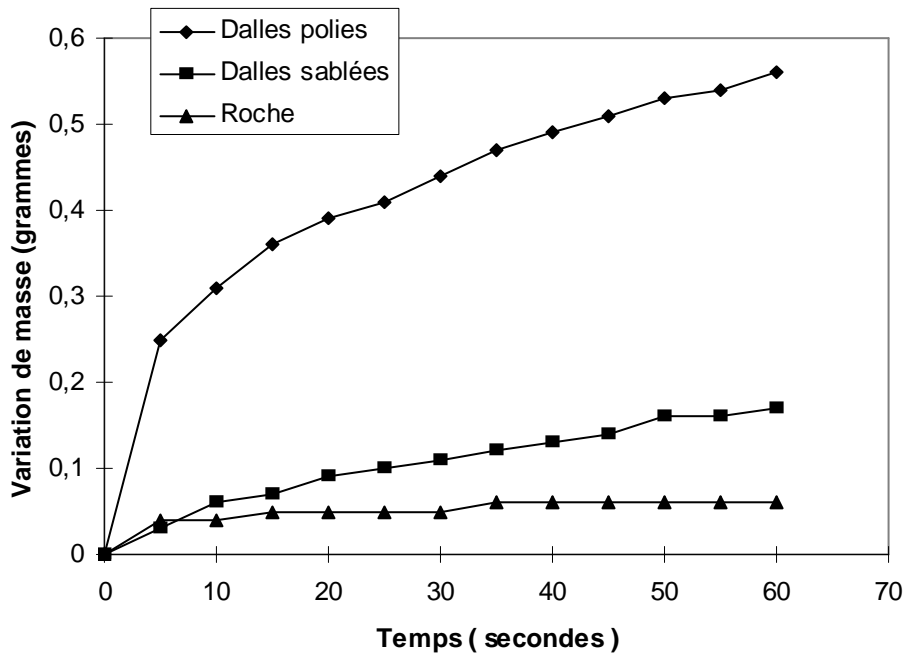


Figure 33 : évolution de l'absorption d'eau par capillarité entre 0 et 60 secondes

Les essais à plus long terme (40 minutes) donnent les résultats suivants.

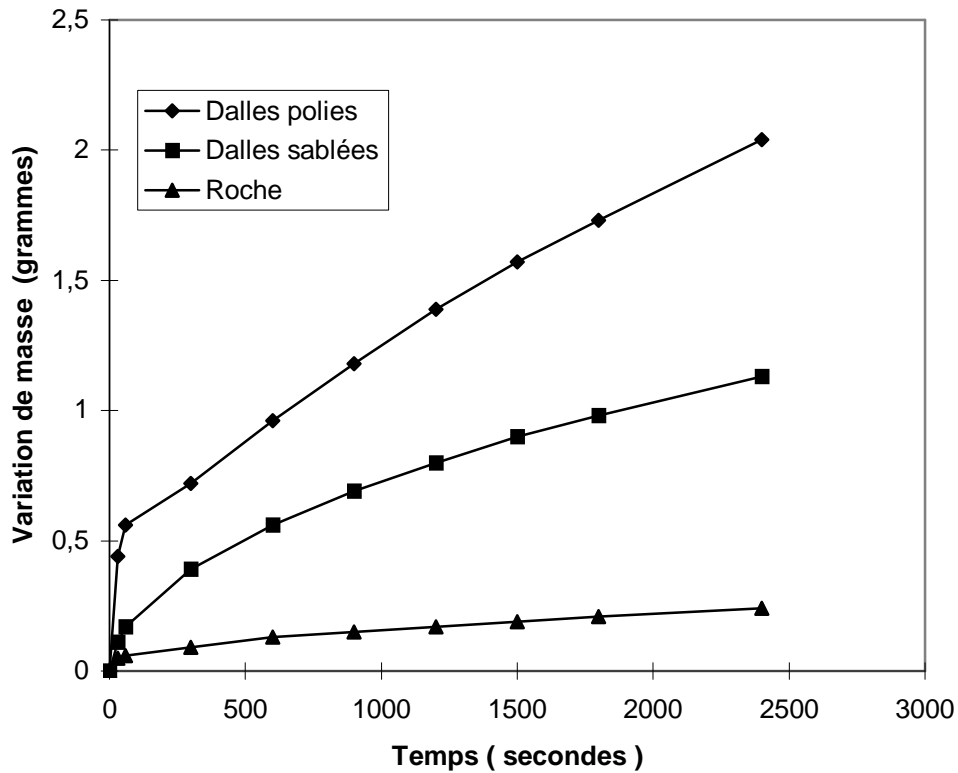


Figure 34 : évolution de l'absorption d'eau par capillarité entre 0 et 2400 secondes

Les résultats obtenus sont-ils caractéristiques d'un comportement statistiquement différent ? La comparaison des courbes d'évolution de la remontée capillaire par régression non linéaire confirme la différence significative entre dalles sablées, dalles polies et roche. Ces coefficients dépendent bien entendu de la nature du fluide qui est absorbé et adsorbé (viscosité, interactions atomiques,...) ainsi que du squelette du support (rayons des capillaires). Ils permettent d'avoir une idée de la cinétique de transport et des mouvements d'eau à la surface du support. Une autre question est de savoir ce qui se passe lorsqu'un mortier est appliqué à la surface de ces dalles aux différentes préparations de surface. Ces points seront envisagés dans le chapitre IX.

Il reste néanmoins une manipulation intéressante à réaliser : l'essai de porosimétrie au mercure qui permet de définir la répartition granulométrique des capillaires.

#### 2.2.2.4. Porosimétrie au mercure

##### 2.2.2.4.1. INTRODUCTION

La technique a pour buts de déterminer principalement le volume poreux du matériau et le diamètre des capillaires, ainsi que leur répartition granulométrique. Ces informations devront permettre de définir un diamètre moyen qui servira dans la modélisation du réseau des capillaires et permettra le calcul des hauteurs de remontée capillaire.

La méthode employée, vu la limitation de pression applicable sur l'échantillon - 2000 bars - permet d'atteindre des capillaires ayant des rayons compris entre 7,5 nm et 75  $\mu\text{m}$ . La détection de la présence de capillaires de rayon inférieur nécessite le recours aux analyses des isothermes d'adsorption-désorption d'azote.

Les échantillons sont des petits cubes de  $\pm 5 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$ , prélevés en surface des éprouvettes, de façon à se trouver dans les mêmes conditions que pour l'essai d'absorption d'eau par capillarité pendant les premières dizaines de secondes : nous recherchons toujours les conditions dans lesquelles se trouve la barbotine lorsqu'elle est appliquée sur le béton support<sup>14</sup>. Toutefois, la rentrée du mercure dans les pores des échantillons peut se faire par les 6 faces du cube analysé.

Les échantillons testés sont repérés :

A1 (de 1 à 3)	:	dalle sablée
NP	:	dalle polie
R	:	roche.

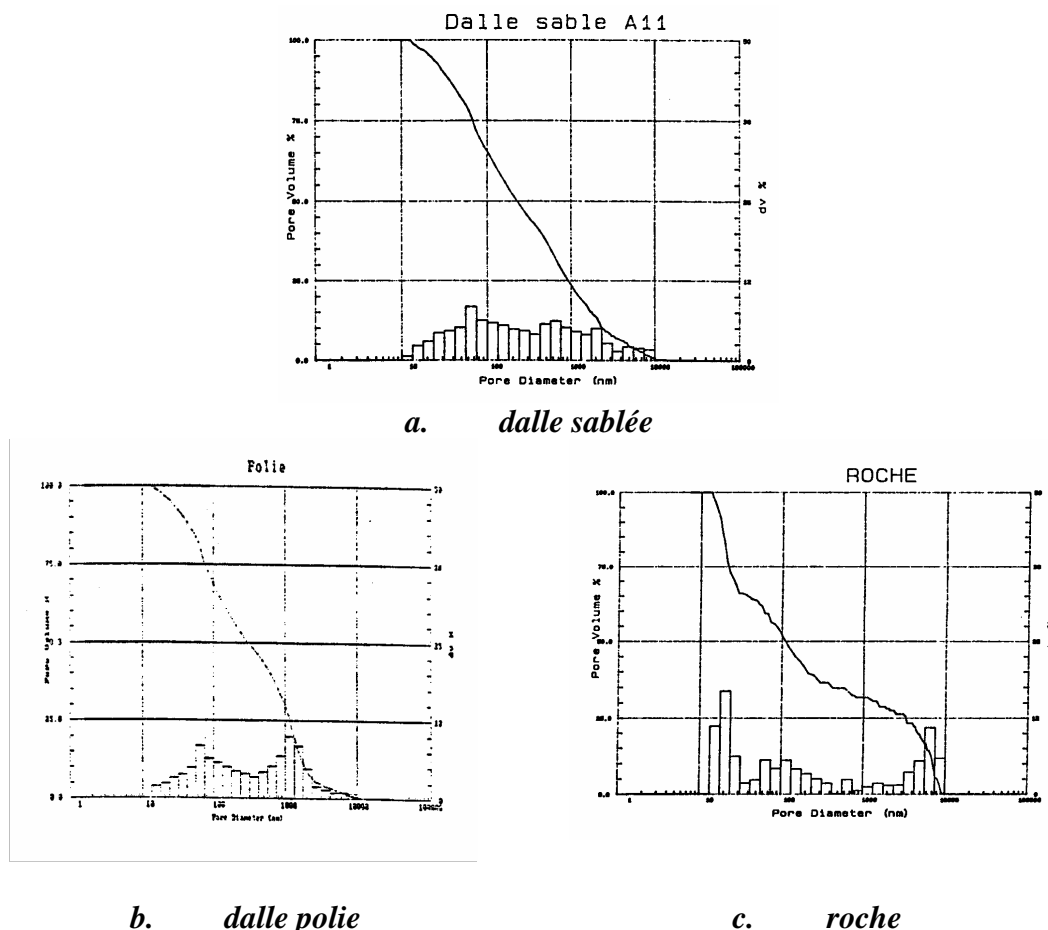
Par intégration de la courbe de variation du volume poreux en fonction de la pression et de l'histogramme donnant le pourcentage des pores de diamètre déterminé, on peut calculer :

- la surface spécifique ( $\text{m}^2/\text{g}$ );
- le volume poreux ( $\text{cm}^3/\text{g}$ );
- le rayon moyen des pores (nm).

<sup>14</sup> la dimension des échantillons est telle qu'en fait seule la partie mortier (dimension maximum des grains de 1 mm) est analysée. Nous continuerons néanmoins à parler de dalles polies et sablées.



Les graphiques ci-après illustrent ces propos pour les différents matériaux testés :



**Figure 35 : évolution du volume poreux en fonction du diamètre des pores, obtenue par porosimétrie au mercure**

Le tableau ci-après donne les résultats moyens de 4 essais réalisés sur les éprouvettes provenant du même échantillon.

**Tableau 13 : résultats de l'analyse par porosimétrie au mercure des échantillons de roche et de béton**

Type de dalle	Echantillon	Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g)	Volume poreux (cm <sup>3</sup> /g)	Rayon moyen (nm)
Sablée	A11	1,68	0,0402	130
	A12	1,76	0,0472	193,2
	A13	1,98	0,0501	172,2
Polie	NP5.12	1,87	0,0462	135,9
Roche	R	0,54	0,0058	12,3

On constate que :

- le volume poreux des dalles sablées ou polies est évidemment le même ;
- le volume poreux de la roche est environ 8 fois plus petit que celui de la dalle de béton. Les mesures, réalisées sur le mortier des dalles, n'ont pas permis d'apprécier l'effet de la zone de transition entre granulats et pâte de ciment, qui semble être important [26];
- les rayons poreux moyens des dalles polies et sablées restent dans le même ordre de grandeur et il n'est pas possible de pointer une différence de comportement pour les échantillons testés;
- le rayon poreux moyen de la roche est 10 fois plus petit que celui de la dalle de béton. Du point de vue de la remontée capillaire, cela signifie que les hauteurs atteintes par l'eau – et par extension, par la solution interstitielle de la barbotine de ciment – sont 10 fois plus grandes (loi de JURIN) mais que la vitesse et les quantités absorbées seront plus faibles que dans le cas des dalles. Cette estimation ne tient à nouveau pas compte de la zone de transition granulats-pâte de ciment qui pourrait modifier la valeur du rayon poreux moyen.

### 2.2.3. TRAITEMENTS DE SURFACE

Le béton employé comme support d'application se présente sous deux formes différentes :

- béton sablé;
- béton poli.

Le sablage a été réalisé à l'aide de sable de calibre 1 à 1,4 mm contenant plus de 65 % de corindon (95,1 %  $Al_2O_3$  – 0,1 %  $Fe_2O_3$ ) sur la face en contact avec le panneau de coffrage. La face polie a été obtenue par polissage de la face sablée en marbrerie; l'opération est réalisée grâce à deux meules abrasives, rotatives, jusqu'à obtention d'une surface lisse au toucher. Les dalles sont rennettoyées au jet d'eau sous pression après sablage et polissage.

La rugosité a été évaluée sur les supports au moyen de méthodes empiriques (essai à la tache de sable) et expérimentales (observations au microscope, profilométrie et surfométrie). Les méthodes simples ont l'intérêt de définir clairement l'état de surface pour le praticien habitué notamment aux revêtements de surface des routes en béton. Ces méthodes et les résultats seront décrits au chapitre VII.

## 3. DESCRIPTION DES PRODUITS APPLIQUES

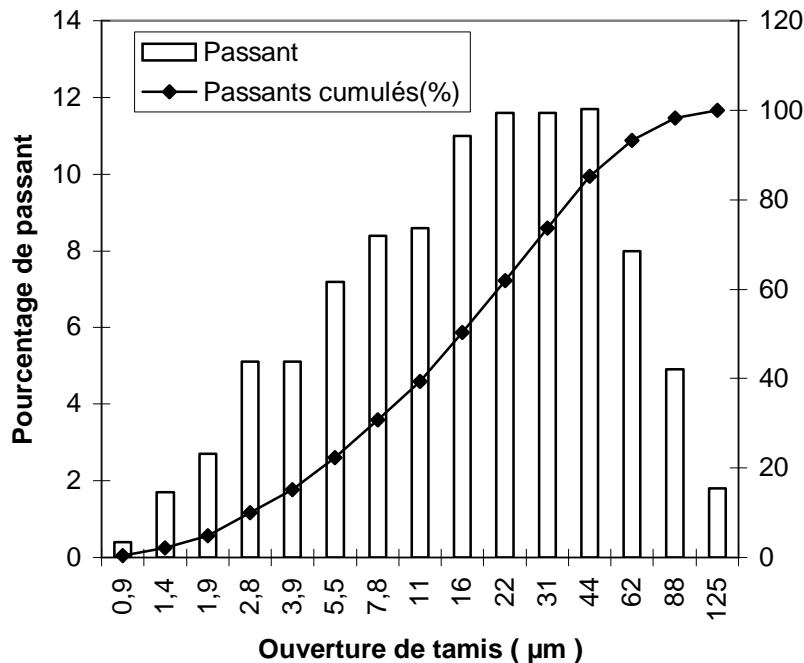
### 3.1. Composition de la barbotine de ciment

La barbotine de ciment a été réalisée avec un ciment CEM I 42,5 dans un rapport E/C = 0,4. Ceci correspond à la consistance rencontrée sur site et relative aux produits équivalents employés comme couche d'imprégnation ou d'accrochage.

Le ciment Portland CEM I 42,5 est un ciment relativement fin (granulométrie principalement comprise entre 2 et 80  $\mu\text{m}$ ), ce qui pourrait faciliter sa pénétration éventuelle dans les "cavités" observées à l'interface (voir notre commentaire en IV.2.2.2.); il n'est cependant pas aussi réactif qu'un ciment CEM I 52,5 qui risquerait d'induire des tensions importantes à l'interface à cause de sa chaleur d'hydratation plus élevée. La composition chimique, ainsi que la courbe granulométrique du ciment CEM I 42,5, sont données ci-après.

*Tableau 14 : composition chimique du ciment CEM I 42,5*

Composant	Teneur indicative en poids (%)
CaO	62 – 68
SiO <sub>2</sub>	19 – 25
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 – 9
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 – 5
MgO	0 – 2
Na <sub>2</sub> O - K <sub>2</sub> O	0,5 - 1,5



*Figure 36 : courbe granulométrique du ciment CEM I 42,5*

### 3.2. Modification de la barbotine de ciment

La barbotine de ciment a été modifiée au moyen d'un certain nombre d'adjuvants : la raison en sera expliquée dans le chapitre VI et est essentiellement liée à la constatation que le contact entre le support et la couche d'apport est loin d'être parfait.

Nous avons donc décidé de jouer principalement sur la viscosité afin d'améliorer la pénétration de la barbotine dans le support. Les adjuvants ci-après ont été employés et analysés : ce sont principalement des plastifiants et superplastifiants dont l'effet va se manifester au niveau de l'empêchement des particules de ciment à flocculer et à augmenter artificiellement la viscosité du mélange. Un certain nombre d'entre eux (parmi lesquels les lignosulfates) abaissent la tension superficielle de l'eau et permettent ainsi un meilleur mouillage du support.

Chacun des matériaux a été identifié par spectrométrie infrarouge sur une pastille KBr confectionnée avec l'extrait sec de l'adjuvant. Pour faire une pastille, le résidu sec est broyé et mélangé avec du bromure de potassium (KBr). Le mélange est ensuite comprimé sous forme de pastille. La quantité de résidu sec doit représenter approximativement 1 % du mélange en masse. Le spectre est enregistré entre 4000 et 400  $\text{cm}^{-1}$ .

*Tableau 15 : dénomination et composition des adjuvants employés*

Repère	Composant principal	Extrait sec (%)	Pourcentage (en poids de ciment)
I	mélamine (macromolécules)	40	1
II	mélamine	40	1
III	naphtalène	40	1
IV	copolymère vinyle	30	1
V	acide maléique	30	1
VI	ligno-sulfonate de sodium	45	0,3
VIII	fumées de silice	-	5
	+ superplastifiant	-	1,25

Remarque :

- le repère VII sera dorénavant réservé à la barbotine de ciment non modifiée (ciment CEM I 42,5 - E/C = 0,4)
- la fumée de silice remplace le ciment à raison de 5 % en poids et se présente sous forme de granules agglomérées.

Des essais ont permis de caractériser l'effet des différents adjuvants. Le tableau ci-après reprend les principales propriétés étudiées.

**Tableau 16 : propriétés des barbotines de ciment (CEM I 42,5 - E/C = 0,4) modifiées avec les adjuvants dans les proportions décrites dans le Tableau 15**

Adjuvant	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	Résistance en flexion à 28 j. (N/mm <sup>2</sup> )	Résistance en compression à 28 j. (N/mm <sup>2</sup> )	Temps de prise*	
				(h, min) début	fin
I	1,99	3,04	54,59	6,00	7,40
II	1,96	3,81	56,72	5,10	7,55
III	1,92	3,40	53,72	5,30	7,40
IV	1,97	6,72	58,45	8,40	15,30
V	2,01	5,40	51,06	3,00	8,30
VI	1,87	5,88	47,03	1,40	7,10
VII	2,01	6,56	54,74	2,15	5,00
VIII	1,84	2,79	48,96	4,20	9,00

\* le temps de prise est déterminé dans ce cas suivant la norme européenne EN 196.1 (avec un poids de 300 g).

La viscosité des barbotines est mesurée au moyen d'un viscosimètre à cylindres coaxiaux HAAKE VT500 et du dispositif VDIN (ISO 3219).

**Tableau 17 : seuil de cisaillement et viscosité des barbotines de ciment modifiées ou non**

Adjuvants	Seuil de cisaillement (N/m <sup>2</sup> )	Viscosité (mPa.s)
I	11,40	309
II	8,35	670
III	8,85	434
IV	6,21	474
V	14,15	486
VI	21,66	1186
VII	32,75	1389
VIII	25,48	959

L'effet de défloculation des plastifiants sur la viscosité est indéniable et efficace pour ce qui concerne les produits I, III, IV et V. Le degré d'efficacité est plus faible, voire négligeable pour les produits VI (ligno-sulfonate de sodium) et les fumées de silice (VIII).

Le but est de toute façon atteint : nous avons des adjuvants qui, même s'ils diminuent légèrement les propriétés mécaniques de la barbotine, permettent surtout de réduire le seuil de cisaillement et la viscosité de la barbotine.

#### 4. DESCRIPTION DES APPLICATIONS

Après détermination de la rugosité à la tache de sable (voir chapitre VII), les dalles sont découpées en morceaux de 25 x 25 cm pour les applications.

Les mélanges pour application sont réalisés dans un malaxeur planétaire pendant 3 minutes avec arrêt et raclage des parois à 1,5 minute. Nous avons parfois incorporé 0,05 % de bleu de méthylène à l'eau avant mélange au ciment; cette coloration nous a permis, dans certains cas, de faire la différence entre le béton-support et la barbotine au moment de la définition des profils de rugosité et de surface de contact par analyse au microscope. L'application se fait à la brosse.

Les barbotines ont été appliquées sur les supports sablés et polis se trouvant dans des états de saturation différents :

- support sec, après séchage des échantillons pendant 24 h en étuve à 105°C et conservation pendant 7 jours dans les conditions de laboratoire ( $23 \pm 2^\circ\text{C}$  et  $50 \pm 5\%$  H.R.);
- support saturé en eau par immersion totale dans l'eau pendant minimum 15 jours. L'échantillon est sorti de l'eau et maintenu vertical pendant ½ heure à  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  et  $85 \pm 5\%$  H.R. avant application<sup>15</sup>.

Les échantillons sont conservés pendant 28 jours à  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  et 100 % d'humidité relative. Les échantillons sont alors préparés pour la réalisation des différents essais :

- découpage de tranches de 1 x 25 cm pour évaluation de la rugosité linéaire et de la rugosité verticale. Cette mesure est réalisée sur deux tranches par zone, en ayant soin d'éviter les mesures sur les bords de la dalle;
- prélèvement d'échantillons pour la réalisation des lames minces et échantillons pour le microscope électronique;
- prélèvement de minimum 4 carottes de 5 cm de diamètre pour mesure de l'adhérence par traction.

Des applications de barbotine de ciment (VII) ont également été réalisées sur roche et sur mortiers saturés, dans les conditions décrites au chapitre VI, paragraphes 4 et 5.

---

<sup>15</sup> cela signifie que le support saturé ne présente pas une surface ruisselante, l'eau en surface ayant eu le temps de s'écouler avant application.

## 5. CONCLUSIONS

Nous avons défini plus clairement les caractéristiques du support et de la barbotine. Avant de quantifier les paramètres qui vont définir l'*appétence* – rugosité, propriétés thermodynamiques et phénomènes de transport à l'interface – nous allons nous intéresser à l'effet supposé de l'appétence : l'*adhérence*.

La mesure de l'adhérence des barbotines sur les supports en béton, roche ou mortier, caractérisés éventuellement par des préparations de surface différentes, va nous permettre de quantifier l'effet des paramètres d'appétence et de répondre aux questions fondamentales de l'ingénieur qui conçoit, du fabricant qui produit ou de l'applicateur qui met en œuvre :

- quel est l'effet du taux de saturation du support ?
- peut-on définir les grandeurs thermodynamiques fondamentales du support et de la barbotine ?
- quelle est l'importance de la succion capillaire et de la diffusion ionique à l'interface ? comment tenir compte de la rugosité de surface ?

Mais l'adhérence n'est que le résultat d'un essai : l'observation des faciès de rupture ou de l'interface au microscope, donne des informations utiles sinon plus intéressantes sur l'état de l'interface : contact, porosité, carbonatation, fissurations, cristallisations... peuvent être détectés par analyses aux microscopes optique ou électronique.

## CHAPITRE VI

### ADHERENCE DE LA BARBOTINE SUR SUPPORTS MINERAUX

#### 1. INTRODUCTION

La mesure de l'adhérence est particulièrement délicate dans le cas de revêtements minces. Il existe de nombreux essais normalisés qui tentent de simuler le comportement in situ de l'assemblage ou, par des mesures indirectes, de définir des valeurs de résistance en pelage, en cisaillement ou en traction.

Dans le domaine de la réparation et de la protection des ouvrages d'art, outre la tenue du quadrillage au broissage de la surface pour les revêtements de peinture [ISO 2409 (1972) ou NBN T 22-107 (1984)], c'est l'essai d'adhérence-traction (pull-off test) qui est le plus largement répandu et qui sert de base aux prescriptions des cahiers des charges. Ce dispositif permet de quantifier la résistance et d'identifier le mode de rupture.

Mais il ne faut cependant pas perdre de vue que ces « propriétés » dépendront aussi pour une part non négligeable de la qualité du travail de préparation.

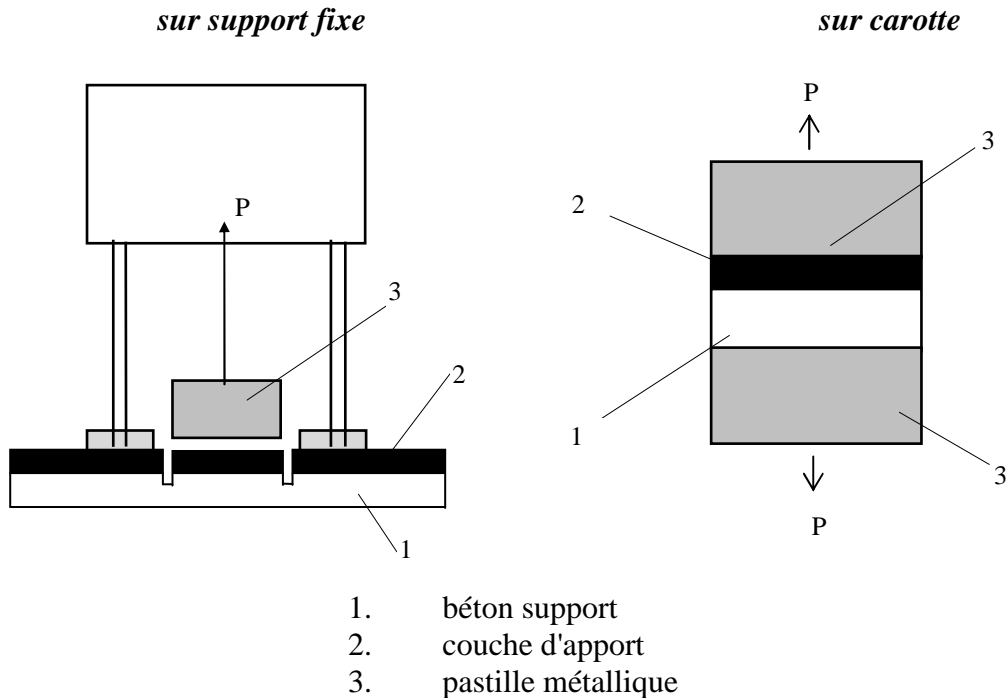


Figure 37 : principe de l'essai d'adhérence-traction



## 2. PREPARATION ET REALISATION DE L'ESSAI D'ADHERENCE-TRACTION

### 2.1. Description de l'essai

L'essai peut être réalisé soit :

- sur la surface de béton couverte du produit ou du système dont on évalue l'adhérence, la zone d'essai étant isolée du restant de la surface par un carottage traversant le revêtement et pénétrant de  $\pm 2$  cm dans le substrat ;
- sur une carotte de l'assemblage barbotine/béton.

Nous avons réalisé les essais sur des éprouvettes de 5 cm de diamètre, obtenues par carottage : ceci correspond à une surface géométrique de contact de 1964 mm<sup>2</sup>. Le dispositif de traction comprend à chaque extrémité de l'éprouvette :

- une plaque métallique en acier dur ayant la section de l'éprouvette et collée à cette dernière ;
- un dispositif de rotation boulonné sur la plaque, dont les articulations ont pour but d'éviter les effets de flexion parasites pouvant provenir d'un mauvais centrage de la tige par rapport à l'axe de l'éprouvette ;
- une tige qui est d'une part solidaire du dispositif de rotation et qui peut être fixée d'autre part dans les mordaches de la machine de traction.

L'essai est exécuté en appliquant l'effort de traction sans choc, d'une manière continue et uniforme, à une vitesse permettant une augmentation régulière de la contrainte de  $0,1 \pm 0,05$  N/mm<sup>2</sup>.s. On en déduit habituellement :

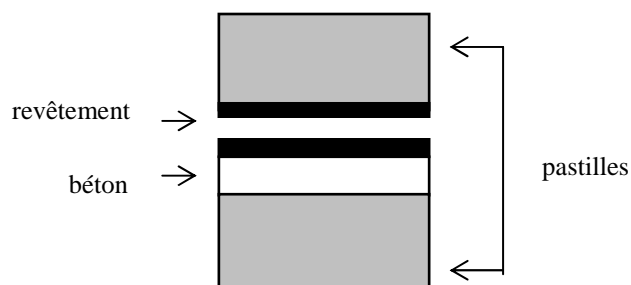
- la contrainte de rupture;
- le mode de rupture.

### 2.2. Modes de rupture

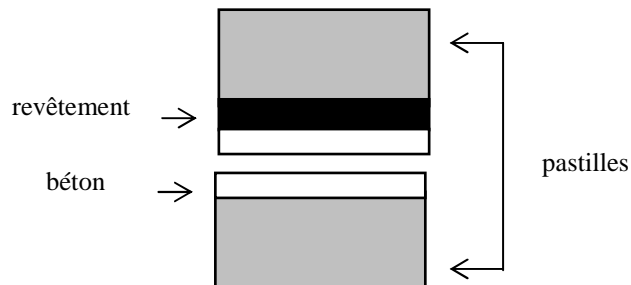
L'évaluation de la force de rupture et l'observation de la surface de rupture vont apporter des informations fondamentales sur la qualité et le comportement de la couche rapportée sur son support.

On distingue plusieurs cas de ruptures :

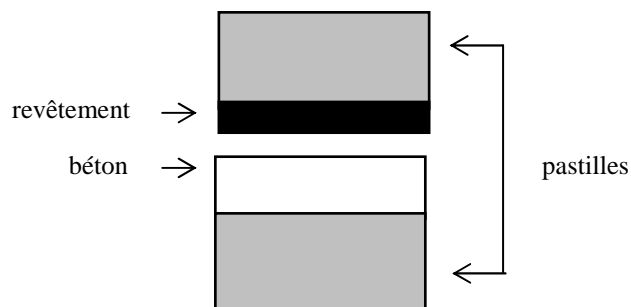
- a) rupture cohésives  
- dans la couche d'apport



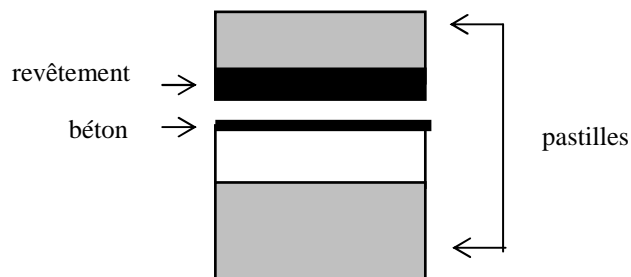
- dans le béton support



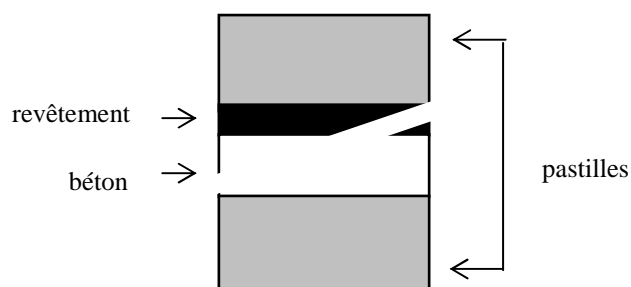
b) ruptures adhésives  
- entre la couche d'apport (barbotine) et le béton support



- dans la couche d'apport



c) rupture mixte



Lorsque les ruptures se situent à l'interface entre le substrat et la couche d'apport, une observation visuelle détaillée montre que la situation réelle est parfois beaucoup plus complexe.

On s'aperçoit alors qu'on peut distinguer diverses sous-catégories :

- la surface de rupture, côté "couche d'apport", présente, en plus ou moins grande proportion, de petites particules en provenant de la couche superficielle du support (de l'ordre du mm).

Nous parlons, dans ce cas, de rupture dans la couche superficielle du support;

- la surface de rupture, côté "support", présente, en plus ou moins grande proportion, des petites particules en provenance de la couche superficielle de la couche d'apport (de l'ordre du mm).

Nous parlons, dans ce cas, de rupture dans la couche superficielle de la couche d'apport.

Signalons que la situation peut encore être compliquée par la présence de couches d'imprégnation et d'accrochage, de sorte qu'une définition exacte des surfaces de rupture ne peut plus être déterminée par simple inspection visuelle.

Il y a lieu, dès lors, de s'en référer à d'autres techniques d'analyse, en particulier diverses techniques d'analyse de surface. Ces ruptures se produisent habituellement lorsque les deux partenaires de l'assemblage présentent une bonne cohésion intrinsèque. On peut alors poser qu'il existe, dans certains cas, des zones microscopiques de bonne adhérence, et d'autres zones pour lesquelles l'adhérence est moins bonne, par exemple parce que le liant n'a pas diffusé à l'interface, ou parce que le contact physique entre le support et le mortier n'est pas optimal.

L'existence de ces zones microscopiques de faible adhérence signifie que tout l'effort de traction est repris par une surface limitée du support ou du mortier, ce qui donne lieu à des ruptures superficielles dans le substrat ou dans la couche d'apport (si le substrat résiste moins à la traction que la couche d'apport, et inversement). Ce point sera étudié en particulier lors des observations au microscope.

Nous souhaitons introduire ici la notion d'adhérence caractéristique, citée la première fois par WIERTZ [15] et qui permet de définir, pour le maître d'ouvrage ou le fabricant de matériau une valeur qui correspond à la probabilité d'avoir seulement x % de résultats inférieurs.

On trouvera en annexe I une explication exhaustive de cette notion importante, qui peut, dans de nombreux cas, permettre de donner des informations plus précises et surtout plus fiables sur les matériaux employés.

Outre les deux préparations de surface (sablage et polissage), deux teneurs en humidité du support ont été sélectionnées (supports secs et saturés).

Les tableaux ci-après reprennent les moyennes observées sur un minimum de 5 essais par conditions de surface et de saturation.

**Photo 3 : adhérence-traction sur dalle sablée sèche -  
rupture à l'interface béton/barbotine (épreuve S1/4)**



**Tableau 18 : adhérence-traction de la barbotine de ciment modifiée sur support en béton sablé  
(en N/mm<sup>2</sup>)**

Adjuvant	Adhérence-traction		Adhérence caractéristique	
	Support sec	Support saturé	Support sec	Support saturé
I	3,09	3,72	+ 3,09	+ 3,72
II	3,66	3,04	+ 3,66	2,27
III	3,25	4,32	+ 3,25	+ 4,32
IV	2,45	4,15	0,75	2,42
V	2,82	3,45	+ 2,82	+ 3,45
VI	2,65	2,69	+ 2,65	1,46
VII	2,76	4,08	+ 2,76	+ 4,08
VIII	0,04	3,80	0,04	2,46

**Tableau 19 : adhérence-traction de la barbotine de ciment modifiée sur support en béton poli (en N/mm<sup>2</sup>)**

Adjuvant	Adhérence-traction		Adhérence caractéristique	
	Support sec	Support saturé	Support sec	Support saturé
I	2,89	3,76	+ 2,89	+ 3,76
II	3,67	3,91	+ 3,67	+ 3,91
III	2,76	3,78	+ 2,76	+ 3,78
IV	4,19	3,17	+ 4,19	2,03
V	3,86	3,52	+ 3,86	2,14
VI	3,26	3,58	1,06	2,58
VII	4,09	3,56	+ 4,09	2,64
VIII	3,36	3,52	+ 3,36	2,60

Il apparaît que :

- en général, les résultats sur support saturé (surface non ruisselante) sont meilleurs que sur support sec; il n'existe néanmoins pas de règle absolue, que ce soit pour les dalles sablées ou polies;
- le nombre de ruptures adhésives est plus important sur support saturé que sur support sec;
- dans la moitié des cas, l'adhérence mesurée sur support sablé saturé est meilleure que sur support poli saturé, le reste des résultats étant semblable pour les deux préparations de surface ou supérieur pour les dalles polies. Pour les supports secs, le comportement des dalles polies semble meilleur (dans 5 cas sur 8).

Il est utile de rappeler que ces observations sont valables pour les conditions de maturation et d'essai qui sont celles décrites ci-avant.

Il est donc loin d'être évident que telle préparation de surface sera meilleure qu'une autre, et en particulier que l'on puisse observer un net avantage dû à l'interpénétration mécanique provoqué par le sablage de surface.

Afin de dissiper tout doute à ce sujet, nous avons réalisé une analyse statistique multivariée des résultats, basée sur les critères suivants :

- effet de la préparation de surface;
- effet de la saturation du support;
- effet du type barbotine.

Les résultats de cette analyse<sup>16</sup> montrent clairement que :

- il n'y a pas, au seuil de signification de 95 %, d'effet de la préparation du support : la rugosité de surface, obtenue par sablage dans les conditions décrites précédemment, n'a pas d'effet sur l'adhérence puisque les résultats ne sont pas significativement différents de ceux obtenus sur dalles polies;

<sup>16</sup> nous n'avons pas tenu compte dans cette analyse des résultats obtenus sur la barbotine VIII, dans la mesure où ceux-ci ne représentent pas le comportement réel du matériau mais plutôt l'effet d'une mauvaise mise en œuvre ou préparation.

- il y a un effet significatif du taux de saturation du support sur les résultats d'adhérence;
- il existe un effet du type de barbotine sur les résultats d'adhérence, mais néanmoins moins significatif que le taux de saturation;
- il existe un effet d'interaction entre les 3 variables.

Cette analyse est fort intéressante dans la mesure où elle semble montrer que l'effet principal qui permet de différencier les résultats d'adhérence obtenus est le taux d'humidité du support. Nous avons déjà longuement discuté cet effet dans une publication réalisée à l'occasion du VIII<sup>e</sup> Congrès International sur les Polymères dans le Béton [25]. Rappelons simplement que nous avons observé que les résistances optimales ont été obtenues pour des taux de saturation du support compris entre 55 et 75 %. Or, de tels taux de saturation sont obtenus lorsque le béton est en équilibre hygrothermique avec les conditions atmosphériques de 20°C et une humidité relative comprise entre 80 et 100 %.

On peut être surpris par l'absence d'influence de la rugosité du support : ceci ne signifie pas qu'il est dorénavant inutile d'assurer une préparation de surface du support mais bien que, pour la surface que nous avons testée – et qui présente une cohésion superficielle suffisante – il est indifférent de travailler sur surface polie ou sablée. Cette affirmation n'est valable que pour l'état de surface obtenu après le sablage que nous avons réalisé et qui est décrit par les paramètres observés au chapitre VII : un sablage plus violent ou une autre technique de préparation (hydro-sablage par exemple) pourrait donner d'autres résultats et par conséquent d'autres conclusions.

### 3. MESURE DE L'ADHERENCE-TRACTION SUR ROCHE

La mesure d'adhérence a été réalisée sur des échantillons de roche calcaire provenant des prélèvements réalisés en carrière (voir chapitre V.2.2.2.1.) ainsi que sur des échantillons de roche siliceuse (I et II). La barbotine de ciment (ciment CEM I 42,5 –E/C = 0,4 – référence VII) est appliquée sur la roche saturée<sup>17</sup> en eau. La surface est celle obtenue après sciage.

*Tableau 20 : adhérence-traction de la barbotine de ciment sur roches calcaires et siliceuses (28 jours)*

Essai	Adhérence-traction (N/mm <sup>2</sup> )		
	Sur roche calcaire	Sur roche siliceuse	
		I	II
1	2,47	4,08	4,68
2	3,21	3,92	5,5
3	3,21	3,97	3,41
4	1,96	3,90	2,75
5	2,47	-	-
6	2,55	-	-
<b>Moyenne :</b>	<b>2,65</b>	<b>3,97</b>	<b>4,09</b>
<b>Ecart-type :</b>	<b>0,49</b>	<b>0,08</b>	<b>1,24</b>

<sup>17</sup> même remarque que précédemment : surface non ruisselante.

L'ensemble des ruptures a lieu à l'interface roche/barbotine, ce qui confirme les observations des faciès de rupture sur béton lorsque les ruptures ont lieu à l'interface. Nous avons étudié au microscope électronique à balayage la face de rupture côté roche (voir paragraphe 6.4.2. du présent chapitre) de façon à analyser la zone de transition. Si on compare les valeurs mesurées sur roche calcaire aux résultats obtenus sur dalle polie saturée, on constate que tous les résultats sont inférieurs dans le cas de la roche seule. Cela semblerait donc vouloir dire qu'un effet d'interpénétration de la pâte de ciment et de la barbotine peut se produire et agir positivement sur l'adhérence. Les roches siliceuses quant à elles donnent de fort bons résultats, même si plus dispersés. Les valeurs obtenues, dans le cas II, égalent l'adhérence sur dalle sablée.

Une analyse statistique basée sur le calcul du t de STUDENT montre clairement que, si la différence entre roche calcaire et siliceuse I est significative au seuil de 95 %, il n'y a statistiquement pas de différence entre roche calcaire et siliceuse II. Ceci est dû principalement à la grande dispersion des résultats mesurée sur ces derniers échantillons.

Les résultats obtenus sur roche siliceuse peuvent paraître surprenants dans la mesure où l'adhérence est en général considérée comme meilleure entre la roche calcaire et la pâte de ciment, à cause notamment du développement dans la zone de transition de carboaluminates ( $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CO}_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ ) résultant de la dissolution préalable du  $\text{CaCO}_3$  par les alcalins du ciment : il y a donc "réaction chimique" entre le matériau d'apport et le support et, conséquemment, renforcement de la liaison.

LARBI [26] a observé sur des échantillons de granite et de calcaire, sur lesquels ont été appliqués des pâtes de ciment ( $E/C = 0,4$  – conservation à  $20^\circ\text{C}$  dans brouillard), des adhérences respectives de 1,2 et 1,5 MPa : le type de ciment, les conditions de mise en œuvre, le type de "roche",... vont bien entendu conditionner les résultats.

Une dernière remarque s'impose : le traitement de surface n'est évidemment pas exactement le même dans le cas des dalles de béton polies et de roches sciées. La différence de résultats entre ces deux catégories de support pourrait éventuellement venir de là, même si nous avons particulièrement soigné l'opération de sciage, de ponçage et de nettoyage des supports rocheux.

#### 4. MESURE DE L'ADHERENCE-TRACTION SUR MORTIER

Nous avons réalisé un mortier à base du sable et du ciment entrant dans la composition des dalles de béton, de façon à simuler le comportement de la barbotine et du mortier de la dalle de support. La composition du mortier est :

- 3 parts de sable;
- 1 part de ciment CEM II 32,5;
- 0,5 part d'eau.

Après 1 mois de conservation à 100 % H.R. et  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ , les dalles de mortier de 30 x 30 cm ont été stockées pendant 15 jours à 50 % H.R. Afin de tester deux taux de saturation différents, nous avons immergé une des deux dalles dans l'eau pendant 15 jours tandis que l'autre a été conservée dans les mêmes conditions que précédemment. La barbotine de ciment (CEM I 42,5 – E/C = 0,4) a été appliquée à la brosse et les échantillons conservés pendant 28 jours à  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  et 100 % H.R.

**Tableau 21 : adhérence-traction de la barbotine de ciment sur mortier (28 jours)**

Essai n°	Adhérence-traction	
	support sec	support saturé
1	2,65	2,23
2	2,08	1,77
3	3,25	2,96
4	2,13	2,14
5	1,58	2,91
6	1,77	2,99
7	2,48	3,33
8	-	1,94
<b>Moyenne :</b>	<b>2,28</b>	<b>2,53</b>
<b>Ecart-type :</b>	<b>0,57</b>	<b>0,58</b>

Une analyse statistique basée sur le calcul de t de STUDENT montre qu'il n'existe, au seuil de 95 %, aucune différence significative entre les deux résultats. Ceci pourrait vouloir signifier que la saturation ou non du support<sup>18</sup> constitué de la pâte de ciment n'est pas fondamentale pour le développement de l'adhésion. Sec ou saturé, le support n'influence ni le résultat – adhérence – ni la forme – la rupture a lieu à l'interface dans pratiquement tous les cas.

Comme il n'existe pas non plus de différence statistiquement mesurable entre les résultats d'adhérence obtenus sur la roche calcaire et la pâte de ciment, on peut se demander d'où provient le gain de résistance ( $\approx 40\%$ ) observé lorsque l'essai est réalisé sur le béton. Pourrait-on imaginer que la zone interstitielle entre granulats et pâte de ciment, par sa porosité pas loin de 10 fois plus grande que dans le reste de la pâte de ciment ainsi qu'une concentration plus élevée en ions  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ou en ettringite, agit positivement sur l'adhérence ? Nous reparlerons plus loin de cette hypothèse.

## 5. OBSERVATIONS AU MICROSCOPE

### 5.1. Introduction

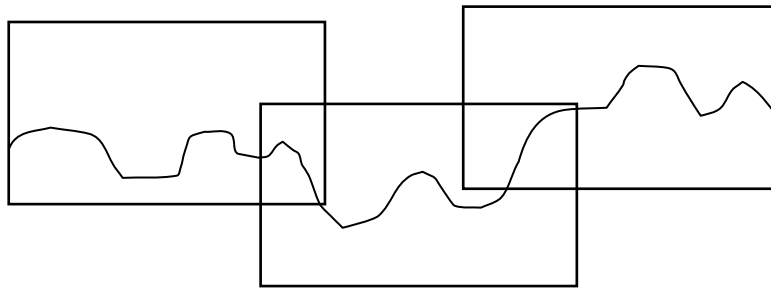
Un premier élément d'analyse correspond à la définition et la quantification de la surface spécifique, correspondant aux deux types de préparation de surface, et à l'étude de la morphologie de ces surfaces. Dans un souci de clarté, nous présentons ces résultats au chapitre VII consacré à l'étude de la rugosité.

<sup>18</sup> dans les conditions décrites ci-avant.



En corollaire à cette approche, nous allons essayer de définir plus clairement la notion de surface effective, c'est-à-dire la surface réelle de contact entre le béton-support et la barbotine de ciment. Comme déjà mentionné plusieurs fois, il ne suffit pas d'avoir une surface spécifique beaucoup plus grande que la surface géométrique : encore faut-il que cette surface contribue réellement à l'adhérence du revêtement.

Finalement, en admettant que les conditions potentielles régissant l'établissement du contact entre support et apport soient remplies, il faut que ce contact se traduise par des liens, sans problème de délamination, de bulles d'air, des poches d'eau,... liés notamment à l'absence ou à l'excès d'eau à l'interface.



*Figure 38 : évaluation de la surface spécifique du profil par assemblage de clichés successifs*

## 5.2. Résultats des observations et analyse des paramètres sur barbotines non modifiées

Des observations systématiques ont été réalisées sur chaque échantillon et sur chaque cliché; nous n'avons repris ici que le résumé de nos investigations.

Une observation récurrente peut être faite et concerne pratiquement l'ensemble des cas de figures que nous avons analysés : le contact entre barbotine et support en béton est loin d'être parfait et pourtant les résistances mesurées ne sont pas mauvaises.

Il y a là un paradoxe assez curieux car, alors que la surface effective est largement inférieure à la surface spécifique et donc que les zones de contact entre la barbotine de ciment et le support sont limitées, les mesures d'adhérence-traction ne donnent pas des résultats mauvais, du point de vue des prescriptions légales et réglementaires. Cette conclusion est bien entendu à relativiser en fonction des conditions de saturation du support et/ou de la barbotine.

Il est en effet préférable de saturer le support (surface non ruisselante) que d'augmenter le rapport E/C de la barbotine : l'eau en excès dans la barbotine est attirée par succion capillaire dans le support en béton. Ce mouvement est gêné par la présence d'air dans les pores et capillaires du béton et laisse de toute façon un excès d'eau à l'interface, entraînant un mauvais contact – lame d'eau – et, partant, une moins bonne adhérence. La solution optimale semble donc être un support saturé et une barbotine au rapport E/C nécessaire et suffisant.

Une autre observation intéressante est relative aux fissures de retrait : nous avons observé sur de nombreux échantillons provenant de supports secs et humides, mais aussi, même si dans une moindre mesure, de supports saturés, la présence de fissures de retrait, particulièrement visibles sur la photo 4.

**Photo 4 : fissures de retrait sur P3**



340  $\mu$ m

Si, dans le cas des supports secs, on peut comprendre ce qui se passe, le phénomène est plus surprenant pour les supports saturés d'autant que, dès après l'application, les échantillons ont été placés dans une chambre de maturation à 20°C et 100 % H.R., de façon à limiter l'assèchement du support ou de la barbotine.

Les fissures de retrait sont en général régulièrement espacées de 6 à 7 mm et se réfléchissent horizontalement à l'interface sur des longueurs variant de 1 à 3 mm. Cela signifie en clair pour certaines observations un décollement complet entre deux fissures de retrait, sans qu'il y ait néanmoins une désolidarisation entre la barbotine et le support. On notera à nouveau que, malgré la présence des fissures réfléchies au niveau de l'interface, l'adhérence est souvent satisfaisante.

Enfin, du point de vue de la préparation de surface du support, il apparaît évident que l'effet d' "interpénétration mécanique" produit macroscopiquement une différence entre l'adhérence sur support sablé ou poli. A l'échelle microscopique cependant, il est difficile de faire la distinction du point de vue de la qualité de contact.

Nous observons dans la plupart des cas une mauvaise pénétration de la barbotine dans les pores du support; ceci est lié aux caractéristiques rhéologiques de la barbotine non modifiée qui, comme nous l'avons montré, présente un seuil de cisaillement et une viscosité élevés. Si une partie de la solution interstitielle peut pénétrer dans le support par absorption capillaire, ce phénomène ne fait qu'augmenter le problème de la barbotine puisque sa teneur en eau diminue. La barbotine n'est donc même plus capable de remplir les anfractuosités de surface.

Il est donc intéressant, voire essentiel si l'on souhaite améliorer le contact, de diminuer cette viscosité, notamment en utilisant des adjuvants qui vont éviter ou limiter la floculation des grains de ciment : augmenter la quantité d'eau n'a en effet aucun effet intéressant, d'autant plus que la durabilité s'en trouverait diminuée. Le phénomène de défloculation des grains de ciment consiste à utiliser des tensio-actifs qui vont entourer les grains et les empêcher de coaguler.

Dans tous les cas, l'observation du bleu de méthylène a montré qu'il y avait une concentration plus élevée du produit à l'interface côté barbotine, ainsi qu'une coloration du support sur plusieurs centaines de microns, montrant par là qu'il y a bien des mouvements d'eau à l'interface.

### **5.3. Analyse sur lames minces de l'interface avec barbotines modifiées**

#### **5.3.1. METHODE D'ANALYSE**

Des tranches fines provenant des échantillons sur lesquels ont été prélevées les éprouvettes servant à la réalisation des essais d'adhérence-traction, sont sciées perpendiculairement à l'interface béton-support/barbotine.

Les parallélépipèdes rectangles obtenus sont imprégnés de résine additionnée d'un pigment fluorescent ; pour des raisons techniques, le vide n'a pu être obtenu qu'imparfaitement. Néanmoins, la mise sous pression entre les plateaux de la presse INSTRON a permis de pallier ce défaut. Les échantillons sont sciés puis collés sur une lame de verre de 60 x 40 mm. Après sciage, la face libre est abrasée jusqu'à l'obtention d'une pellicule de 30  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

L'échantillon est alors observé aux microscopes :

- binoculaire, en lumière parallèle et polarisée, de façon à mettre en évidence les défauts (fissures,...) ainsi que la carbonatation éventuelle du support ;
- optique polarisant, en lumière décroisée, qui apporte des informations complémentaires sur l'état du contact entre support et barbotine ;
- fluorescent, où la lumière blanche est remplacée par une source U.V., qui permet de juger de la capillarité de la pâte de ciment du support, ainsi que de la barbotine.

Les échelles d'approche dans les deux derniers cas ont volontairement été choisies de façon à avoir le même grossissement.

Nous avons analysé une lame mince au moins par type de barbotine, type de support et état de saturation (minimum 32 éprouvettes).

### 5.3.2. OBSERVATIONS

Les observations sont reprises sous forme d'un tableau comparatif qui comporte, outre la présentation de l'échantillon observé, les points suivants :

- carbonatation ;
- fissures, défauts de contact,... ;
- discontinuités locales ou généralisées ;
- appréciation de l'adhérence ;
- état de la capillarité du support et de la barbotine.

Nous avons à nouveau observé, pour pratiquement tous les échantillons analysés, et malgré nos précautions prises pour assurer la conservation des éprouvettes à 100 % d'humidité relative, la présence de fissures de retrait disposées régulièrement à la surface de la barbotine. L'ensemble des analyses est repris en annexe II.

Le cas particulier de la dalle sablée sèche recouverte avec la barbotine modifiée aux fumées de silice et superplastifiant devient suffisamment clair; on observe en effet à l'interface de nombreuses zones sans contact entre barbotine et béton ainsi que la présence de sphères dont les dimensions correspondent, pour certaines d'entre elles, au diamètre des particules agglomérées de fumées de silice introduites dans le mélange. Le défaut d'adhérence mesuré dans les essais d'adhérence-traction semble trouver son explication dans ces observations, qui résultent probablement d'un défaut de malaxage (temps trop court) ou de mise en œuvre.

Il apparaît que la carbonatation n'est pas systématique pour tel ou tel type de support. Il est donc difficile d'établir des relations de cause à effet entre adhérence et profondeur de carbonatation, dans le sens où une carbonatation avancée aurait pour effet de réduire la section, voire de fermer certains capillaires et donc de diminuer la pénétration de la barbotine ou de sa solution interstitielle.

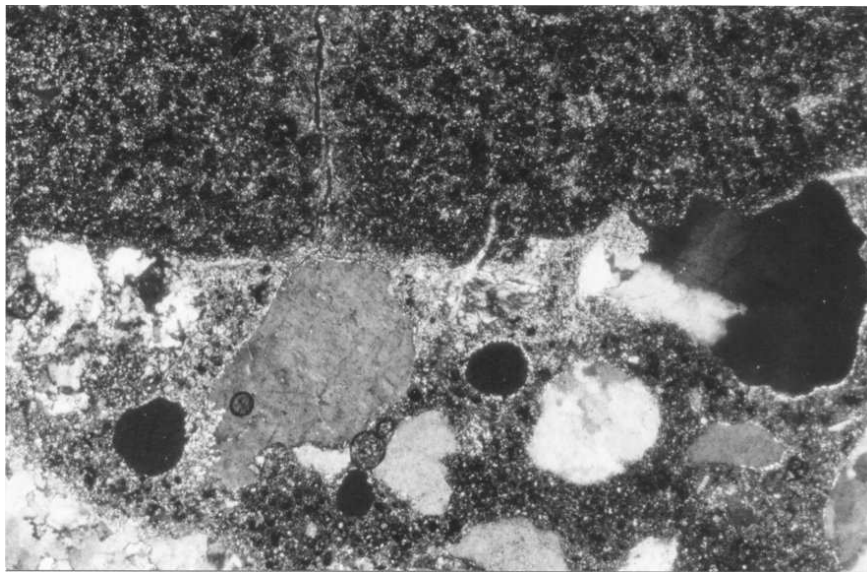
Une observation intéressante est relative à la présence sur un certain nombre de lames, d'un liseré de calcite  $\text{CaCO}_3$  à l'interface entre barbotine et pâte de ciment (photo 5). Cette recristallisation semble plutôt provenir du côté de la barbotine, c'est-à-dire qu'il semble que ce soit le  $\text{Ca(OH)}_2$  en provenance de la barbotine qui ait précipité sous forme de  $\text{CaCO}_3$  sur le support en béton. Cette précipitation est présente au niveau du contact avec la pâte de ciment mais est beaucoup moins visible au niveau des granulats. Les mêmes observations ont été effectuées sur des dalles polies sèches (photo 6) même si c'est moins fréquent.

Cela signifie donc qu'il y a présence de dioxyde de carbone  $\text{CO}_2$  à l'interface; les hypothèses avancées sur sa présence sont diverses :

- piégeage important d'air au moment de l'application de la barbotine : cette hypothèse est toutefois peu probable car la quantité de  $\text{CO}_2$  dans l'air (0,3 %) ne peut à elle seule expliquer la carbonatation du  $\text{Ca(OH)}_2$ ;
- pénétration par les faces latérales des éléments sciés ou découpés;
- pénétration par les fissures de retrait.

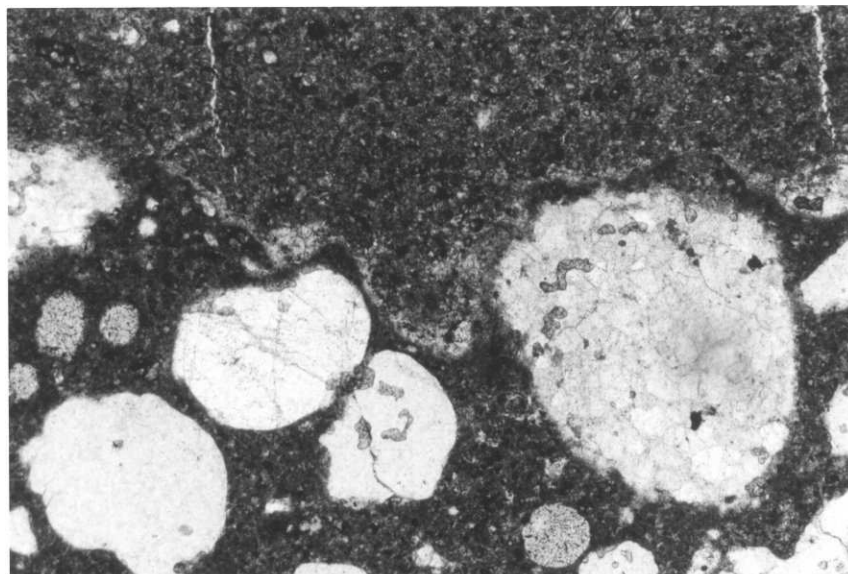
L'observation de ce phénomène n'est pas systématique mais semble plutôt affecter les dalles saturées que les dalles sèches; les échantillons qui présentent cette cristallisation montrent également un nombre de fissures de retrait important, sans qu'il y ait cependant une relation directe de cause à effet. En effet, ce n'est pas parce qu'il y a de nombreuses fissures qu'il y a recristallisation mais, s'il y a recristallisations, les fissures sont relativement nombreuses.

*Photo 5 : support béton carbonaté sablé saturé/barbotine V*



175  $\mu$ m

*Photo 6 : support béton poli sec/barbotine IV*

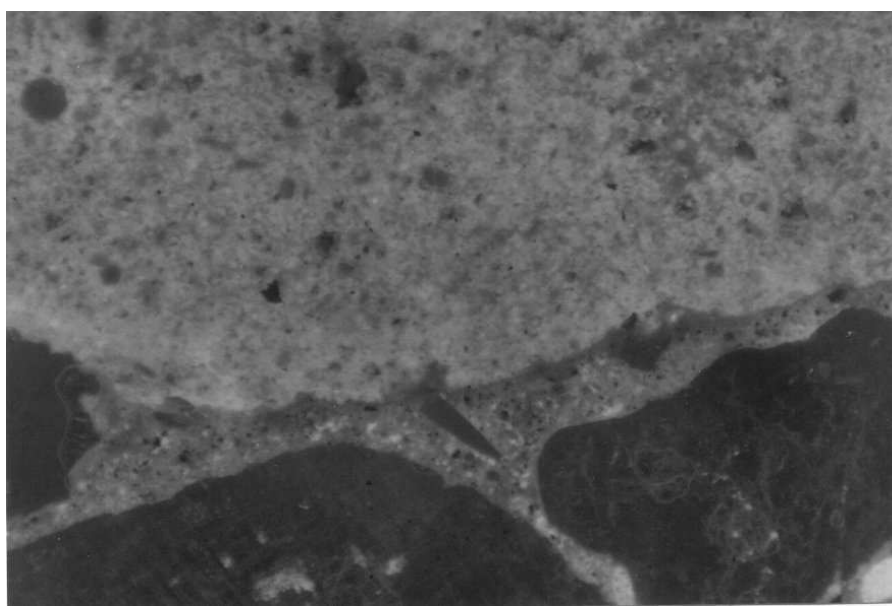


La porosité capillaire du support et de la barbotine ont été comparées pour chaque échantillon analysé. Ne possédant pas de référence permettant une évaluation quantitative de ces caractéristiques, nous avons, à partir de la coloration variant du jaune (très poreux) au vert (peu poreux), estimé la valeur relative de la porosité de la barbotine par rapport à celle du support.

Une analyse statistique multivariée, reprenant la porosité relative de la barbotine, ainsi que l'état de carbonatation du support comme variables explicatives, a été réalisée sur l'ensemble des 32 observations. Elle montre clairement qu'il n'existe ni effet simple ni effet combiné statistiquement décelable au seuil de 95 % des deux variables précitées.

Un autre élément intéressant ressortant de nos observations sur lames minces est la présence à l'interface d'une zone de plus grande porosité, dans la barbotine et dont l'épaisseur peut varier entre 10 et 100  $\mu\text{m}$ .

***Photo 7 : zone interfaciale béton support poli sec/barbotine de ciment I***



180  $\mu\text{m}$

Le tableau ci-après reprend le nombre d'observations de ce type, réalisées dans les différentes conditions de préparation des éprouvettes.

***Tableau 22 : nombre d'observations de présence d'une zone interfaciale plus poreuse***

<b>Eprouvettes</b>	<b>Sablées</b>	<b>Polies</b>
Sèches	2	6
Saturées	4	2

Il est visiblement difficile de tirer des conclusions quant à l'effet de la préparation ou de l'état de saturation du support. D'autre part, le phénomène a été observé pour pratiquement toutes les barbotines étudiées, dans l'un ou l'autre cas, avec une constance néanmoins pour la barbotine VI.

La présence de cette zone résulte de mouvements d'eau à l'interface qui peuvent être multiples :

- en cas de sursaturation du support en eau, il peut rester à la surface du béton un mince film d'eau qui, lorsque la barbotine sera appliquée sur le support, provoquera une augmentation du rapport E/C dans la zone de contact entre la barbotine et le film d'eau et, par voie de conséquence, amènera une augmentation de la porosité interfaciale. Nous avons essayé d'éviter ce phénomène en égouttant les éprouvettes avant application mais l'eau peut rester bloquée dans les anfractuosités, ce qui est particulièrement vrai sur les dalles sablées;
- en cas de support sec, l'eau de la barbotine peut être absorbée rapidement (d'autant plus rapidement que l'on a affaire à un support poli) et provoquer une chute du rapport E/C qui, dans notre cas, valait initialement 0,4. Ceci peut amener un manque d'eau à l'interface et une mauvaise hydratation du ciment.

Toutefois, l'observation des barbotines de ciment dans le cas des supports sec et saturé ne montre pas un degré d'hydratation différent et permet de conclure à une répartition homogène des grains de clinker non hydraté.

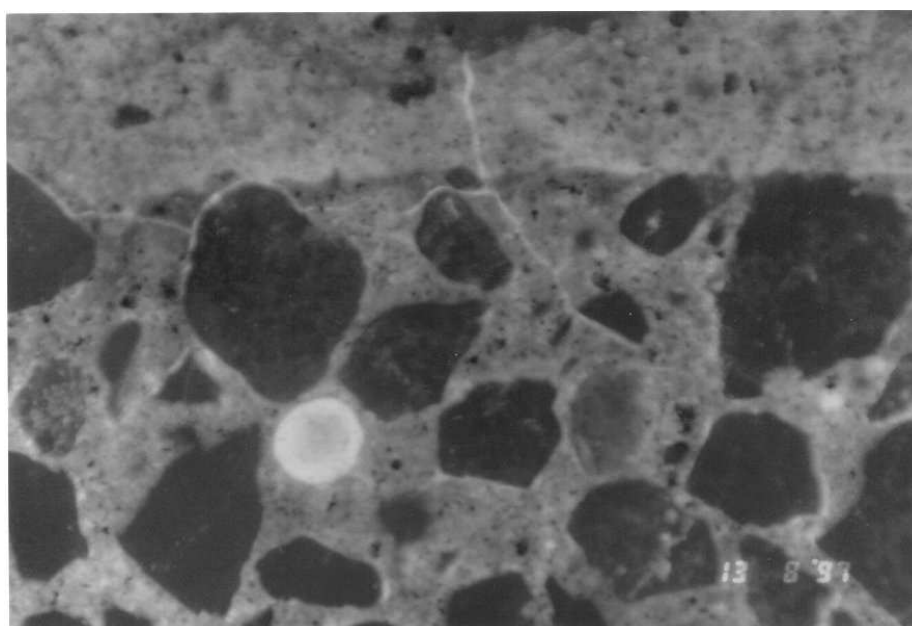
Si on compare les résultats mesurés en adhérence-traction avec la moyenne obtenue par support et par préparation de surface, on constate qu'il n'existe pas de règle générale quant à l'effet de cette zone interfaciale : tantôt les résultats sont supérieurs à la moyenne, tantôt ils sont inférieurs. Le type de rupture est variable, avec une prédominance de ruptures dans le béton (5 cas sur 6) dans le cas des supports polis secs.

Cette zone interfaciale ne semble donc pas constituer une faiblesse dans le développement des capacités de résistance du composite.

De plus, si on y regarde de plus près, on peut constater que cette zone se développe plutôt au droit de la pâte de ciment du support que de la partie granulat du support en béton, dans le cas où le support est sec tandis que la porosité de la zone interfaciale semble accentuée au droit des granulats lorsque le support est saturé. Ces observations sont bien entendu liées directement au pouvoir absorbant des deux éléments du composite.

**Tableau 23 : résultats des mesures d'adhérence-traction ( $N/mm^2$ ) obtenus sur les échantillons  
présentant une zone interfaciale**

<b>Support</b>	<b>Barbotine</b>	<b>Adhérence-traction</b>	<b>Type de rupture</b>
Sablé sec	VI	2,65	béton / interface
	VII	2,76	béton / interface
	Moyenne :	2,95	
Sablé saturé	I	3,72	béton / interface
	II	3,04	béton / interface
	III	4,32	béton
	VI	2,65	béton / interface / revêtement
	Moyenne :	3,66	
Poli sec	I	2,89	béton / interface
	IV	4,19	béton
	V	3,86	béton
	VI	3,26	interface
	VII	4,09	béton
	VIII	3,36	béton
	Moyenne :	3,51	
Poli saturé	VI	3,58	béton / interface
	VIII	3,52	béton / revêtement
	Moyenne :	3,60	

**Photo 8 : zone interfaciale béton support poli sec/barbotine de ciment I**180  $\mu m$



## 5.4. Analyses au microscope électronique

### 5.4.1. PRINCIPES DE L'ANALYSE

Le microscope électronique à balayage utilise un faisceau localisé d'électrons à haute énergie. L'image est obtenue en suivant les différentes sortes d'électrons éjectés et dispersés. En effet, quand le faisceau d'électrons primaires frappe l'échantillon, l'électron incident cède son énergie, soit sous forme d'énergie cinétique non quantifiée (électrons secondaires ou électrons rétrodiffusés), soit sous forme d'énergie potentielle dans l'atome de l'échantillon qui se trouve alors "excité". La tendance de ce dernier à revenir dans un état fondamental d'équilibre des niveaux d'énergie des électrons induit l'émission de rayonnements caractéristiques tels que les rayons X.

L'analyse du spectre de rayons X au moyen d'un détecteur permet de déterminer la cartographie chimique de la surface analysée puisque la longueur d'onde du rayonnement électromagnétique est caractéristique de l'atome d'où il est émis.

### 5.4.2. OBSERVATIONS

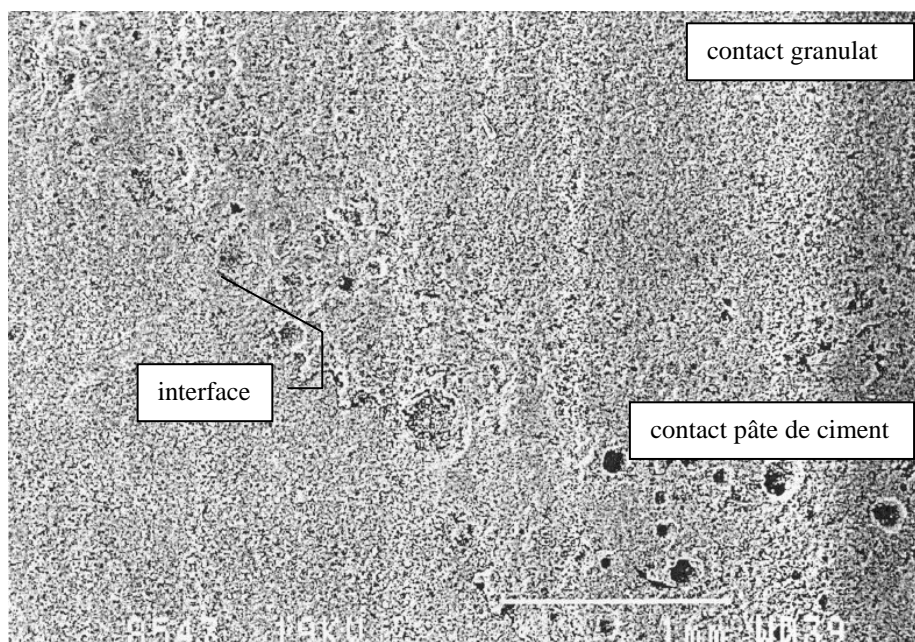
Nous avons sélectionné une série d'interfaces afin de mettre en évidence un certain nombre de comportements, déjà observés par les analyses aux microscopes optiques. Il s'agit principalement de :

- l'effet de la préparation de surface sur la qualité du contact entre le support et la barbotine ;
- la caractérisation des composés minéraux en présence à l'interface entre granulats et barbotine de ciment ;
- la différenciation potentielle des interfaces entre granulats et pâte de ciment avec la barbotine ;
- l'effet de la saturation du support.

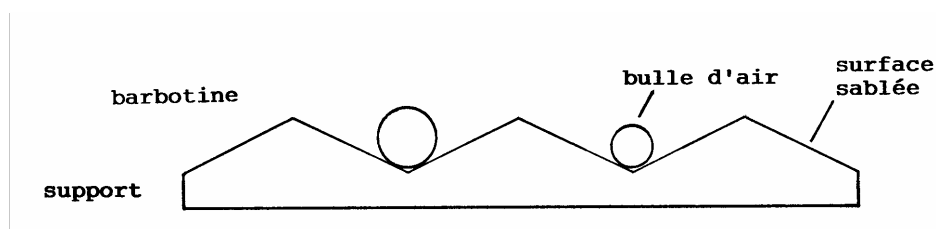
Nous avons travaillé tantôt en coupe, tantôt en plan afin de mieux cerner nos observations et nous avons enregistré une série de spectres afin d'identifier les composés (atomes) en présence.

Une observation très nette concerne la différenciation entre les supports saturés et secs. En effet, nous avons observé des échantillons de barbotine, côté face en contact avec le support : lorsque ce dernier est réputé sec, nous observons beaucoup plus de bulles d'air, essentiellement au niveau du contact barbotine/pâte de ciment (photo 9). On distingue de ce fait assez nettement la limite des zones où la barbotine était en contact avec les granulats et avec la pâte de ciment ; ceci est accentué par la présence d'un grand nombre de pores dans les zones de contact avec la pâte de ciment (photo 8).

**Photo 9 : vue de la barbotine de ciment – face inférieure en contact avec dalle polie sèche**



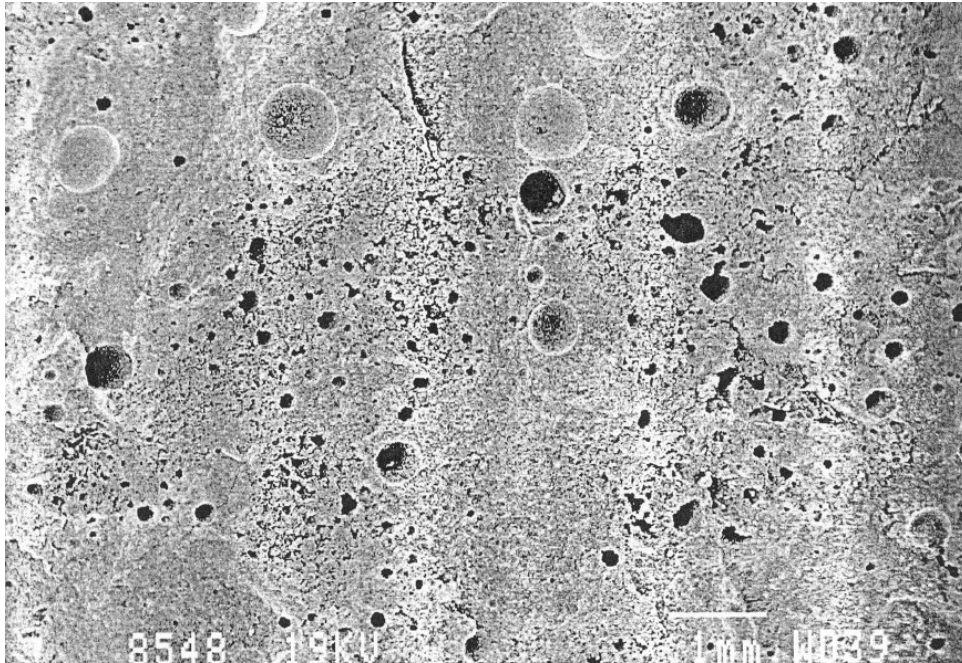
Cette observation est également valable pour les dalles polies et pour les dalles sablées. Néanmoins, on observe des bulles d'air aussi au niveau du contact granulat/barbotine dans le cas des dalles sablées, ce qui semble indiquer que les bulles sont piégées dans la rugosité (ondulation) du support. Ces bulles semblent être de dimensions importantes ( $\sim 500 \mu\text{m}$ ) et de profondeur plus faible que dans le cas des dalles polies<sup>19</sup>. Nous verrons, par l'analyse surfométrique du support (chapitre VII), que ce phénomène peut correspondre à la situation suivante :



**Figure 39 : représentation modélisée de la surface sablée**

<sup>19</sup> cette conclusion est basée uniquement sur l'observation de la variation de l'échelle des gris sur la profondeur des bulles. Une mesure quantitative n'est en effet pas possible avec le matériel dont nous disposons.

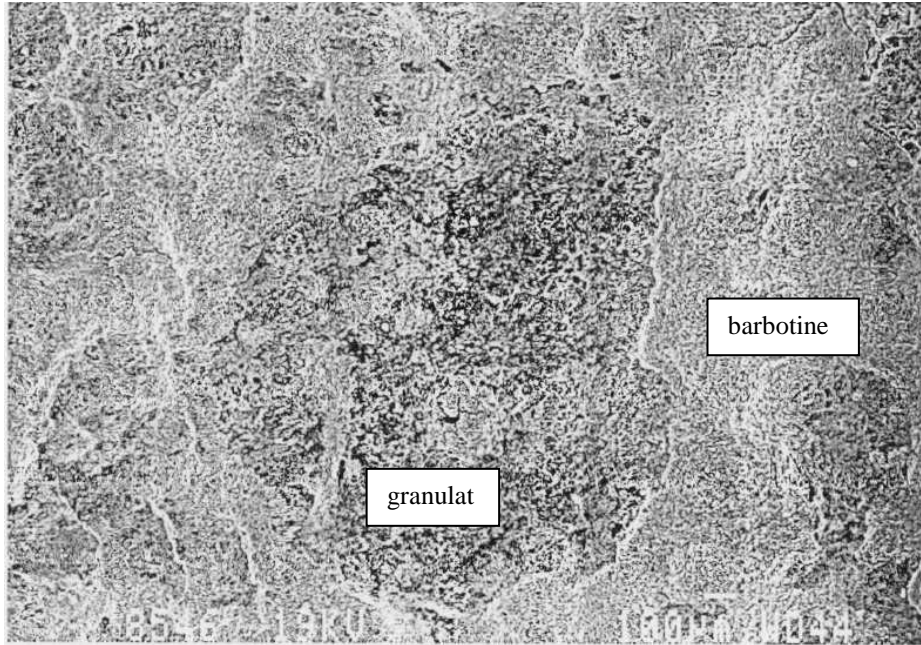
*Photo 10 : vue de la barbotine de ciment modifiée avec un ligno-sulfonate de sodium – face inférieure en contact avec dalle sablée sèche*



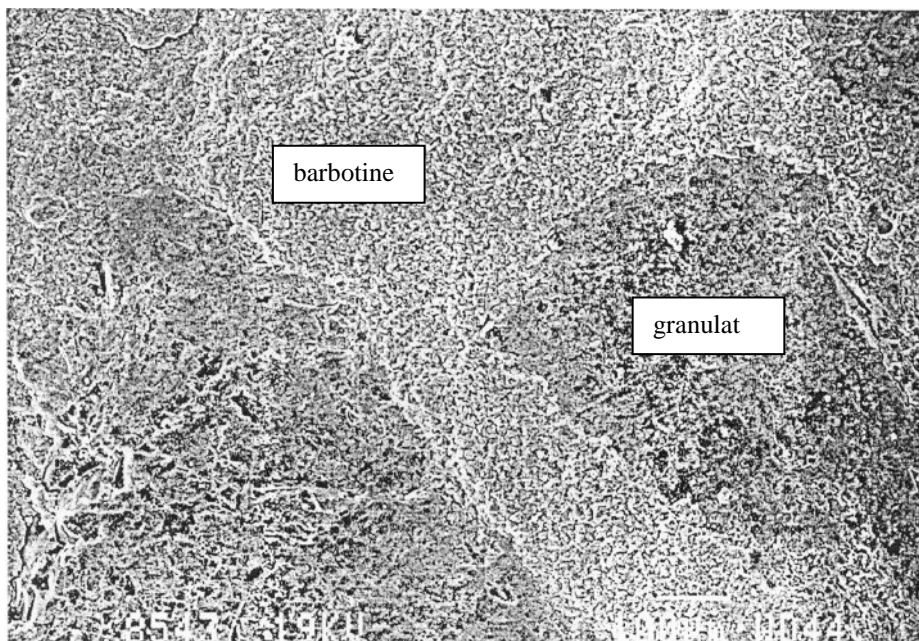
Une analyse spectrale du matériau contenu à l'intérieur de ces bulles atteste de la présence de Ca en grande quantité, de telle sorte qu'il cache pratiquement toute trace de Si. Il s'agit probablement de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

Une vue plus rapprochée de la surface de la barbotine en contact avec les granulats nous a révélé que ces derniers étaient, dans 80 % des cas, recouverts de pellicule plus ou moins fine. Cette observation est particulièrement nette sur le granulat présent sur la photo 10 : on distingue en effet des zones plus sombres où le granulat est presque à nu et des zones plus claires où il est recouvert d'un voile provenant de la barbotine. Une vue rapprochée (photo 11) permet de distinguer clairement les deux zones, et en particulier le voile présent sur le granulat, invisible à l'œil nu.

**Photo 11 : vue d'une plage de la surface d'une dalle polie saturée recouverte de  
barbotine de ciment modifiée au copolymère vinyl (IV)**



**Photo 12 : vue d'un granulat à la surface d'une dalle polie saturée recouverte de  
barbotine de ciment modifiée au copolymère vinyl (IV)**



Un spectre réalisé sur cette fine couche révèle un produit particulièrement riche en Ca, c'est-à-dire en  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  car la prise du spectre en fenêtre ouverte ne modifie pas le spectre.

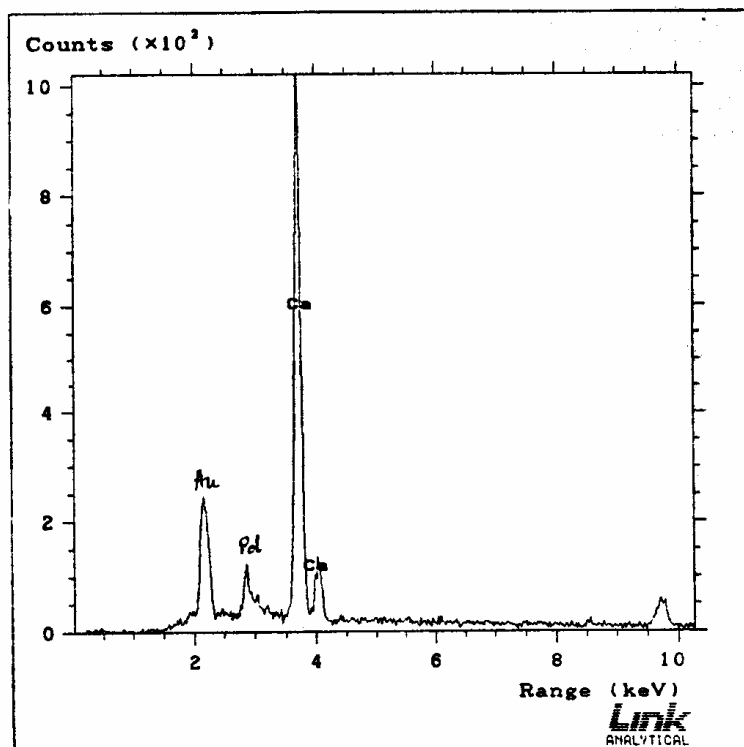


Figure 40 : spectre du composé présent à la surface d'un granulats sur lequel une barbotine de ciment a été appliquée

## 6. ANALYSE EN SURFACE DES MATERIAUX DU SUPPORT

Le béton est un matériau composite et, comme nous l'avons déjà laissé entendre au chapitre III [82] [87], les liaisons s'établissant entre granulats et pâte de ciment, ou entre pâte de ciment durcie et pâte de ciment fraîche, n'ont pas la même intensité.

Il apparaît donc important de pouvoir caractériser quantitativement la répartition des matériaux à la surface du support en béton.

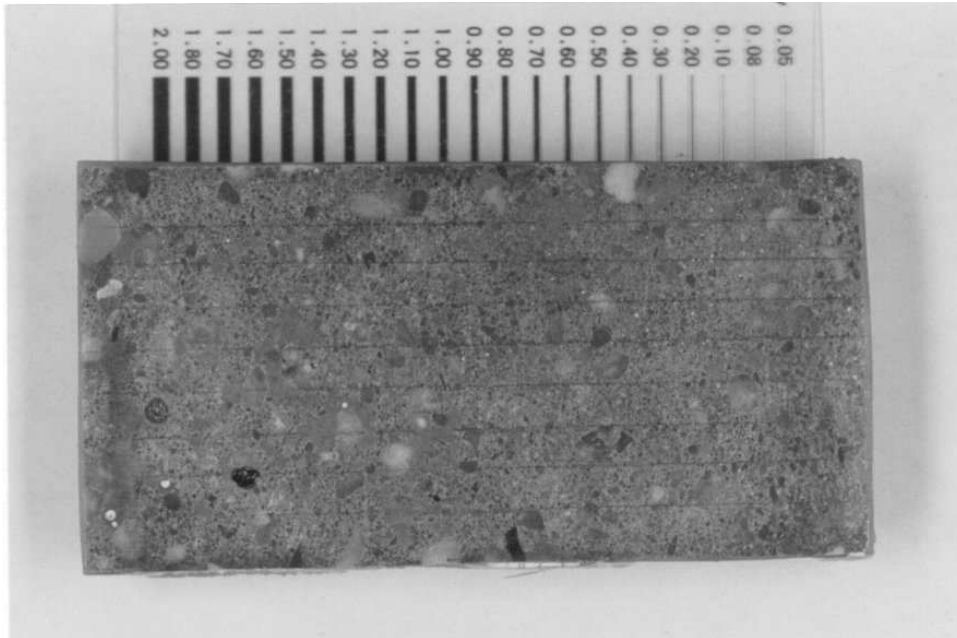
Dix échantillons de dalle polie de 5 x 10 cm ont été découpés et imprégnés au moyen d'une résine fluorescente; la surface a été abrasée et polie jusqu'au granulats. Deux types d'observations ont été réalisés :

- comptage des éléments compris entre 1,2 et 5 mm au binoculaire avec éclairage incident;
- détermination du pourcentage de pâte de ciment au microscope polarisant en lumière réfléchie et nicols croisés.

### 6.1. Comptage des éléments supérieurs à 1 mm

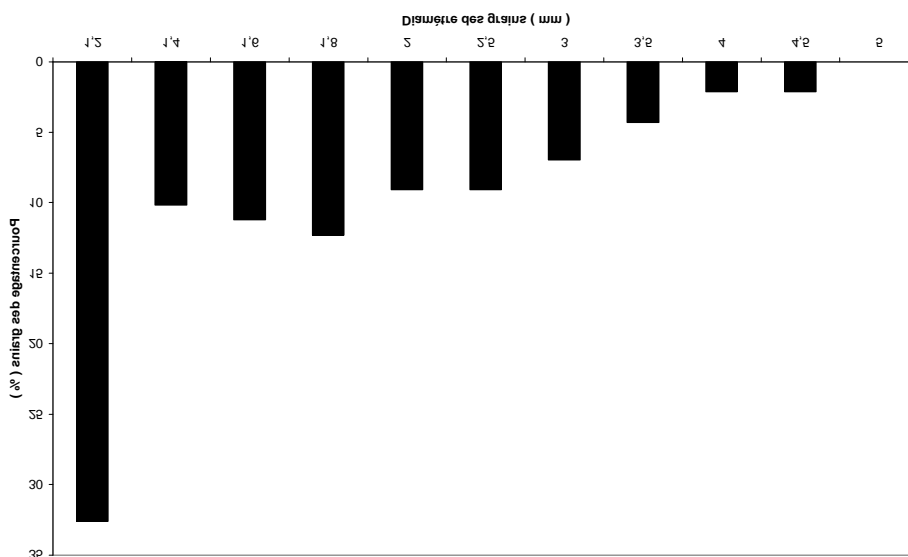
Le comptage a été effectué sur l'entièreté de la plaque de 5 x 10 cm au moyen d'une règle graduée de 1,2 à 5 mm.

**Photo 13 : échantillon de surface de dalle polie pour comptage des granulats**



Le comptage a volontairement été réalisé sur des dalles polies pour éviter des problèmes de profondeurs de champ variables, sachant que la connaissance des paramètres statistiques obtenus par les mesures de profilométrie et de surfométrie permet de déduire les surfaces réelles de contact pour les dalles sablées. Il est à noter que l'on n'observe en surface aucun granulats de dimension supérieure à 4,5 mm.

Le graphique ci-après donne une répartition des pourcentages et pourcentages cumulés de chacun des diamètres.



**Figure 41 : répartition des granulats en surface - NP5.3-1**

Ces observations nous conduisent donc à estimer la surface des granulats à 12 % de la surface totale.

## 6.2. Matériaux granulaires de dimensions inférieures à 1 mm

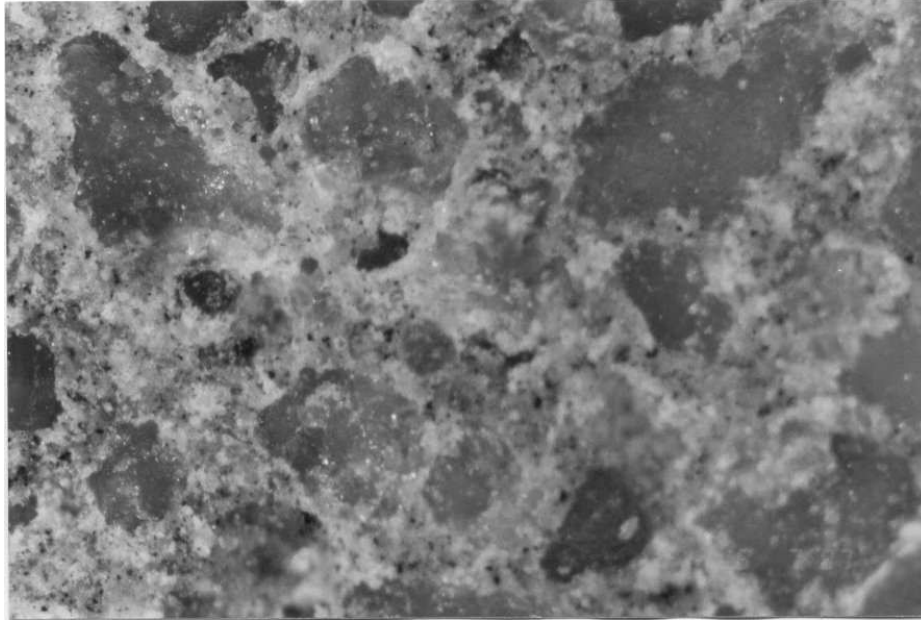
Nous avons observé 14 plages de mesures et déterminé par analyse d'images le pourcentage de surface occupée par les matériaux pierreux par rapport à la pâte de ciment. Sur les photos prises au microscope polarisant, nous noircissons les zones où les matériaux pierreux sont apparents à la surface polie du béton et le logiciel associé aux observations réalisées par analyse d'image permet le comptage et l'estimation de la surface occupée. Ces analyses ont été réalisées avec le support du MICA (Service du Professeur E. PIRARD). Le logiciel définit la surface mesurée par discrimination des teintes et comptage de pixels.

**Tableau 24 : détermination du pourcentage de surface occupée par les éléments inférieurs à 1,2 mm**

Echantillon n°	Surface réelle (en $\mu\text{m}^2$ )	Pourcentage de surface occupée (%)
604/1	2839529	61
604/2	2645999	57
604/3	3292156	71
604/4	2233571	48
604/5	2947921	63
604/6	2753590	59
604/7	2815346	61
604/8	2891387	62
604/9	2359676	51
604/10	2789817	60
604/11	2638440	57
604/12	3214481	69
604/13	2700451	58
604/14	2642732	57
604/15	3114737	67
604/16	2772008	60
<b>Moyenne :</b>		<b>60,06</b>
<b>Ecart-type :</b>		<b>5,9</b>

Cette valeur de  $\pm 60$  % est à rapporter à la surface restante, déduction faite des éléments de dimensions supérieures ou égales à 1,2 mm.

*Photo 14 : vue de la surface polie du béton*



175  $\mu\text{m}$



*Figure 42 : repérage des matériaux pierreux sur la photo ci-dessus.*



### 6.3. Modélisation de l'interface

La dimension maximum observée sur les plages analysées correspond à  $\pm 1125 \mu\text{m}$ , ce qui permet de conclure que les deux techniques d'observations sont complémentaires. Nous pouvons donc calculer le pourcentage moyen de surface occupée par les granulats en additionnant les contributions des éléments supérieurs et inférieurs à 1,2 mm.

$$\text{Surface occupée} = 12,08 + 87,92 \times 0,60 = \underline{64,88 \%}.$$

Cela signifie donc que 65 % de la surface est occupée par les granulats tandis que 35 % correspondent à la pâte de ciment. Ces considérations sont bien entendu valables pour les dalles polies.

Toutefois, nous pouvons considérer que, dans le cas des dalles sablées, nous observons une augmentation relative de la surface de contact avec les granulats, la surface de contact "pâte de ciment" restant constante : ce point sera expliqué plus en détail lorsque les paramètres de quantification de la rugosité auront été définis et calculés.

### 6.4. Interprétation des résultats

Le but poursuivi ici est d'arriver à trouver une relation, proportionnelle ou non, existant entre l'adhérence du composite et l'adhérence de chacun des éléments : nous entendons ici composite pour béton, et éléments pour roche et mortier

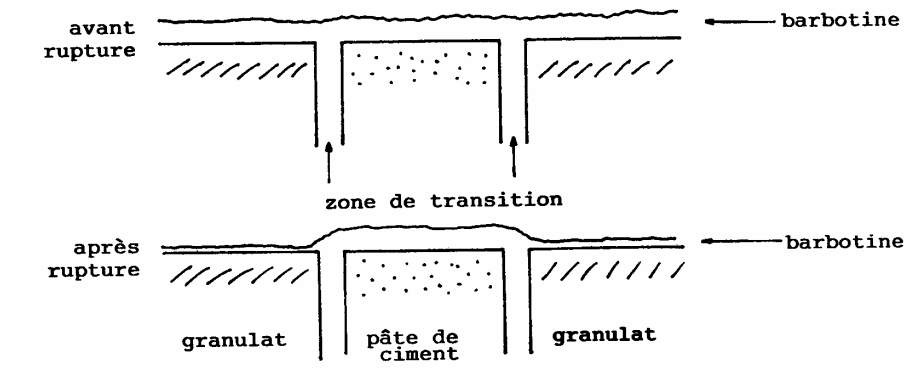
Une relation simple serait basée sur une espèce de loi des mélanges : en fonction du pourcentage de surface de contact et de la résistance individuelle mesurée entre, respectivement, roche et barbotine, et mortier et barbotine, nous pourrions évaluer la résistance d'ensemble :

$$\begin{aligned} & \text{adhérence barbotine / béton} \\ = & \quad \text{adhérence barbotine / mortier} \cdot 35 \% \\ + & \quad \text{adhérence barbotine / roche} \cdot 65 \%. \end{aligned}$$

Cette relation doit être pondérée par un certain nombre de facteurs, notamment la rugosité moyenne ou encore les caractéristiques thermodynamiques des corps en présence.

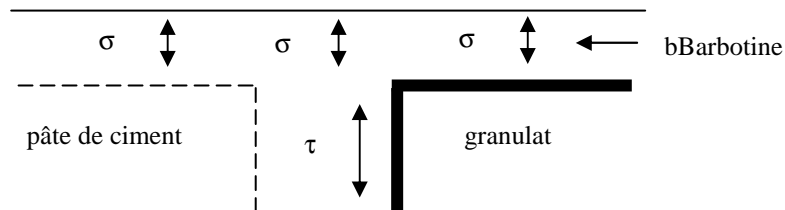
Nous avons constaté d'autre part que l'adhérence-traction, dans le cas d'un support poli saturé, mesurée séparément sur la roche et le mortier, était plus faible que celle mesurée sur le composite "béton".

Une explication que nous avons avancée est l'effet des zones de contact granulat/pâte de ciment dans le béton support, qui sont plus poreuses que le reste de la pâte de ciment et pourraient, de ce fait, jouer un rôle d'ancrage pour la barbotine. Notons que cette hypothèse est loin d'être farfelue dans la mesure où les observations sur tranche réalisées au microscope montrent une pénétration plus importante de la solution chargée de bleu de méthylène au niveau des zones de contact granulat/pâte de ciment. L'auréole de transition autour des granulats est évaluée à  $\pm 50 \mu\text{m}$ ; lors de nos discussions avec VERNET [103], il est apparu que celle-ci pouvait aller jusqu'à  $200 \mu\text{m}$ , en particulier lorsque l'on n'utilise pas d'additions telles que les fumées de silice. La modélisation du support pourrait donc être représentée de la façon décrite sur la Figure 43, en ne tenant pas compte de la préparation du support (sablé ou poli).



**Figure 43 : représentation de l'interface béton support/barbotine avant et après essai d'adhérence-traction**

En fait, nous devons considérer cette zone de transition non seulement dans le béton support entre pâte de ciment et granulat, mais aussi à l'interface avec la barbotine. La résistance du composite procède à la fois de résistance en traction et de résistance en cisaillement.



**Figure 44 : mode de résistance de la barbotine sur le béton support**

Or, la résistance au cisaillement sur roche polie saturée vaut 3,35 N/mm<sup>2</sup> tandis que l'adhérence en traction ne vaut que 2,65 N/mm<sup>2</sup>; ceci nous permettrait peut-être d'expliquer les performances du composite.

Il reste donc à réaliser l'importance de cette zone de transition. A partir des observations et de la quantification des surfaces respectives occupées par les granulates et la pâte de ciment, il est possible d'évaluer le pourcentage de la surface réellement occupée par les zones de transition granulat/pâte de ciment.

**Tableau 25 : détermination de la surface occupée par l'auréole de transition autour des grains de diamètre compris entre 0,075 et 4,5 mm (par m<sup>2</sup> de surface de béton)**

Diamètre du grain (mm)	Surface du grain (mm <sup>2</sup> )	Surface occupée* (m <sup>2</sup> )	Nombre de grains	Surface de l'auréole par grain** (mm <sup>2</sup> )	Surface totale de l'auréole (mm <sup>2</sup> )
4,5	15,9	0,0096	604	0,636	384
4	12,6	0,0138	1098	0,558	612
3,5	9,6	0,0183	1902	0,479	911
3	7,1	0,017	2405	0,401	963
2,5	4,9	0,0162	3300	0,322	1063
2	3,1	0,0088	2801	0,291	814
1,8	2,5	0,0122	4794	0,259	1243
1,6	2	0,0068	3382	0,228	770
1,4	1,5	0,0058	3768	0,196	740
1,2	1,1	0,0124	10964	0,165	1808
1	0,79	0,161	205348	0,141	29030
0,85	0,57	0,047	82192	0,102	8392
0,6	0,28	0,107	379035	0,075	28281
0,425	0,14	0,061	433376	0,055	23826
0,3	0,071	0,012	174008	0,041	7161
0,212	0,035	0,030	848466	0,031	26655
0,15	0,0176	0,053	2984467	0,025	73133
0,106	0,0088	0,051	5796195	0,020	113808
0,075	0,0044	0,008	1824407	0,008	14329
<b>TOTAL :</b>					<b>333925 mm<sup>2</sup>/m<sup>2</sup></b>

\* d'après les résultats obtenus aux paragraphes 7.1. et 7.2.

\*\* en supposant une épaisseur de la zone de transition de 50 µm, ce qui correspond à une moyenne sur les données présentes en littérature [81, 82, 85] et les observations que nous avons faites au microscope.

Il vient donc que l'occupation de surface d'un mètre carré de béton est répartie comme suit :

- 65 % occupée par les granulats et sables;
- 2 % occupée par la pâte de ciment;
- et 33 % occupée par la zone de transition granulat/pâte de ciment.

Ceci signifie donc que pratiquement toute la surface non occupée par les granulats et le sable peut être assimilée à une immense zone de transition.

Nous avons déterminé précédemment l'adhérence traction sur roche et sur mortier; nous pouvons donc prendre ici l'influence de la zone de transition autour de grains dont les dimensions sont supérieures à 1,2 mm<sup>20</sup>. La surface occupée par l'auréole de transition autour de ces granulats est évaluée à 9308 mm<sup>2</sup>/m<sup>2</sup> de surface de béton, ce qui correspond à environ 1 % de la surface totale.

<sup>20</sup> parce qu'en dessous de cette valeur, l'effet de la zone de transition a déjà été pris en compte dans l'essai d'adhérence-traction sur mortier.

Du point de vue du comportement mécanique de l'assemblage, la détermination de la surface occupée par la zone de transition permet d'introduire un terme supplémentaire dans la loi des mélanges. Mais la surface qui nous intéresse ici est la surface de contact liée à la pénétration de la barbotine dans cette zone de transition, et qui permet de mettre en jeu la résistance au cisaillement de l'interface granulat/barbotine de ciment.

Nous avons noté à maintes reprises la difficulté d'observer la pénétration de la barbotine dans le support; les seules valeurs que nous possédions sont relatives à l'absorption capillaire de l'eau et des solutions interstitielles de barbotine sur les supports en béton et sur la roche. Ces données vont nous permettre d'évaluer la hauteur de remontée moyenne dans la zone de transition et, partant, l'importance de la surface résistant en cisaillement dans le béton.

## 7. CONCLUSIONS

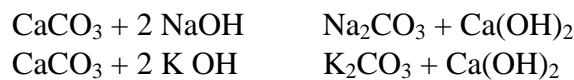
L'analyse des résultats d'adhérence et les observations au microscope nous permettent de définir un peu plus précisément le comportement de l'interface, tant du point de vue mécanique, que physique ou chimique :

- l'effet du sablage n'est pas significatif sur les propriétés d'adhérence, dans les conditions qui sont celles définies dans cette recherche. Nous verrons dans le chapitre qui suit que les valeurs de "rugosité" obtenues pour les dalles sablées sont relativement modestes, même si fondamentalement différentes de celles mesurées sur dalles polies. Il devient donc difficile de parler d'interpénétration mécanique de la barbotine dans le support et d'augmentation de la surface spécifique qui expliqueraient des comportements différents en fonction de la préparation de surface.  
Et ce comportement reste constant alors que, pour un certain nombre de dalles sablées, nous avons observé la présence de bulles d'air, coincées et prisonnières dans l'ondulation de surface du support. Ces bulles auraient pu en effet, en réduisant la surface effective, diminuer les résistances;
- l'effet de l'état de saturation du support est quant à lui plus significatif et, même si les différences restent faibles, il semble préférable de travailler sur support saturé en eau (mais dont la surface n'est pas ruisselante) que sur un support sec. Travailler sur support sec signifie un mouvement d'eau important à l'interface et, par conséquent, une modification des conditions de prise et de maturation de la barbotine. Ces conditions auraient encore été plus drastiques si nous avions maintenu le support en béton dans les conditions hygrométriques de conservation (50 % H.R.) et la barbotine à 100 % d'humidité relative.

L'effet des conditions de maturation n'est cependant pas suffisant pour altérer de façon notable l'hydratation des grains de ciment : il semble qu'il y ait autant de grains non hydratés dans les barbotines en contact avec les surfaces saturées ou sèches. Par contre, les dalles saturées présentent plus souvent des phénomènes de recristallisation à l'interface que les dalles sèches : qui parle de cristallisation, parle de diffusion et en particulier, dans notre cas, de  $\text{CO}_2$ . Car il semble que les cristaux soient essentiellement à base de  $\text{CaCO}_3$ , ce qui signifie que le  $\text{Ca(OH)}_2$  produit par hydratation du clinker, et qui se trouve dans une solution à  $\text{pH} = 13$  arrive en contact avec un support qui est la plupart du temps au moins légèrement carbonaté et donc à  $\text{pH}$  plus faible ( $\text{pH} = 9$ ).

Ce pH semble favorable à la recarbonatation du  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  en  $\text{CaCO}_3$ , à condition qu'il y ait du  $\text{CO}_2$ .

Nous avons émis diverses hypothèses sur l'origine du  $\text{CO}_2$ ; il se peut également que le malaxage de la barbotine ait pour effet d'introduire une grande quantité d'air ou que la saturation du support favorise la diffusion du  $\text{CO}_2$  à partir de la base du support. Mais ces hypothèses ne peuvent expliquer à elles seules ces phénomènes de cristallisation puisque la quantité de  $\text{CO}_2$  nécessaire à ces recarbonatations est colossale. Une partie de l'explication ne pourrait-elle pas se trouver dans la réaction entre les alcalins et les calcaires présents dans le béton ?



Les alcalins qui passent en quantité importante dans la solution interstitielle de la barbotine (voir chapitre IX) réagissent avec le granulats calcaire pour former de la chaux et du carbonate de sodium ou de potassium; cette réaction se déroule dès la mise en contact de la barbotine et du support. Mais la quantité de chaux produite par l'hydratation du clinker sature le milieu en chaux et la réaction s'inverse, donnant du  $\text{CaCO}_3$ , sans apport extérieur de  $\text{CO}_2$ .

Ces recristallisations ne sont pas néfastes pour l'adhérence du revêtement sur le support car elles viennent remplir les interfaces laissées vides par évaporation de l'eau ou les fissures développées par le retrait, et augmentent ainsi la surface effective de contact;

- l'effet de la carbonatation du support sur l'adhérence semble négligeable pour nos conditions d'essai. Cela signifie donc que, même si le support est carbonaté, il reste suffisamment poreux pour permettre la pénétration éventuelle d'une partie des grains de ciment et de la solution interstitielle de la barbotine de ciment, dans le cas de supports secs. A nouveau, il faut peut-être prendre garde de généraliser cette conclusion en affirmant qu'un support carbonaté est aussi bon qu'un support en béton qui ne l'est pas. Mais comme on l'a vu ci-avant, les phénomènes de dissolution/recristallisation peuvent être considérés comme positifs – en l'absence d'armature bien entendu – pour la cohésion superficielle du béton;
- l'effet du retrait reste un problème important dans la maturation de la barbotine. Nous avons déjà signalé qu'il n'intervenait pas directement dans nos préoccupations mais son effet sur l'adhérence est tel que nous ne pouvons et devons pas le négliger. Mais ce qui apparaît intéressant dans l'observation du phénomène est, d'une part, son importance quantitative et, d'autre part que, malgré cet effet, son action sur l'adhérence reste limitée. Pratiquement, toutes les éprouvettes sont concernées, quel que soit l'état de surface ou de saturation du support. Toutefois, l'importance varie en fonction du type de barbotine.

**Tableau 26 : nombre de fissures de retrait d'épaisseur équivalente observées dans les barbotines de ciment modifiées ou non sur une longueur de 375  $\mu\text{m}$**

Barbotine	Sablé/sec	Poli/sec	Sablé/saturé	Poli/saturé
I	1	2	2	-
II	2	0	1	1
III	2	2	2	2
IV	-	3	3	> 3
V	2	1	2	2
VI	2	1	1	1
VII	3	2	2	2
VIII	-	2	2	2

Autour de la moyenne de 2 fissures sur la plage d'observation, nous observons des comportements variables en fonction du type de barbotine : la barbotine IV présente systématiquement un retrait fort important alors que la quantité d'eau est toujours la même.

Le plastifiant, à base de copolymère vinyl, provoque une chute importante de la tension superficielle de l'eau; la barbotine est donc très fluide et l'eau excédentaire, ce qui peut avoir amené un ressuage et un retrait important;

- l'effet de la zone de transition interfaciale (ITZ) est sans conteste l'effet le plus intéressant mis en évidence dans le cadre de l'analyse de l'interface. La surface de contact ITZ/barbotine est très importante et permet d'expliquer la synergie observée par rapport aux essais individuels d'adhérence sur roche et sur mortier. Il s'agit là de l'effet d'ancrages chimiques, bien supérieurs au simple effet de l'interpénétration mécanique, puisque de dimensions importantes, et par conséquent qui va absorber rapidement de grandes quantités de fluides.  
 Cette structure poreuse va augmenter les sites potentiels d'interaction de la solution interstitielle de la barbotine avec le support et favoriser l'adhésion.  
 Il est possible d'estimer son importance à partir de la loi des mélanges :  

$$\text{adhérence} = 0,65 \cdot 2,65 + 0,02 \cdot 2,53 + 0,33 \cdot x = 3,56$$
 d'où  $x = 5,41 \text{ N/mm}^2$  ( $2,63 \text{ N/mm}^2$  si l'on tient compte de l'adhérence caractéristique).  
 Cette contribution est semblable à celle obtenue en adhérence par cisaillement sur dalle polie à 28 jours;
- l'effet du clivage du  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  est très net sur l'ensemble de nos observations. La rupture du contact entre la roche calcaire et la barbotine de ciment a toujours lieu à l'interface mais dans la barbotine, dans une nouvelle zone de transition dans laquelle on retrouve à nouveau du  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Il s'agit donc d'un effet des plans de clivage dans les cristaux de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  qui se manifeste à l'interface entre le granulat calcaire et un ciment hydraté (ou en phase d'hydratation);
- l'effet de la nouvelle zone de transition (NITZ) entre la barbotine et le béton support, caractérisée elle aussi par une porosité capillaire plus importante et, comme nous l'avons déjà signalé, par des phénomènes de recristallisation.

## CHAPITRE VII

### QUANTIFICATION DE LA RUGOSITE

#### 1. INTRODUCTION

Le support et les couches d'apport ont été analysés et décrits dans le chapitre V; l'adhérence a été mesurée sur différentes combinaisons possibles. "L'effet", en référence au titre de cette thèse est donc connu.

Le présent chapitre est relatif à la caractérisation "géométrique" de la surface du support, dans le but de différencier les traitements de surface. Cette description est basée sur une double approche :

- définir précisément la surface spécifique, qui est fondamentale pour l'évaluation de la surface effective et de l'éventuel effet d'interpénétration;
- définir le coefficient de rugosité, qui permet de tenir compte de l'effet de forme de la surface sur les propriétés thermodynamiques interfaciales (angle de contact).

Nous avons utilisé ici une méthode d'analyse qui permet l'évaluation de ces différents paramètres. Toutefois, et afin de nous rattacher à des essais classiques et bien connus, nous présentons ci-après les résultats provenant de l'essai à la tache de sable et des observations au microscope.

#### 2. ESTIMATION DE LA RUGOSITE PAR METHODE EMPIRIQUE ET OBSERVATIONS AU MICROSCOPE

##### 2.1. Essai à la tache de sable

L'essai à la tache a été réalisé suivant la méthode du Centre de Recherches Routières [33]. Le principe de la méthode consiste à répandre uniformément sur la surface d'un revêtement un volume V de sable normalisé. Par étalement de ce sable, on remplit "les creux" de la texture sous forme d'une tache circulaire, dite "tache de sable". Par définition, le quotient du volume de sable répandu par la surface de la tache de sable est la "profondeur moyenne de nivellement" H de la surface envisagée. Le tableau ci-après donne les résultats sur les trois types d'états de surface.

*Tableau 27 : essai à la tache de sable (méthode CRR)*

	Hauteur moyenne de nivellement H (mm)
Béton coffré	0,31 – 0,30
Béton sablé	0,44 – 0,45; 0,45; 0,45
Béton poli	0,18 – 0,20

On observe donc que la surface sablée est 2,25 fois plus "rugueuse" que la surface polie.

Cette méthode est semblable à celle décrite dans le projet de norme européenne prEN 1766 (1995); le sable utilisé est un sable de rivière à grains ronds ayant été séché en étuve à  $105 \pm 5^\circ\text{C}$  et tamisé pour obtenir la granulométrie suivante :

**Tableau 28 : granulométrie du sable utilisé pour l'essai à la tache de sable**

Ouverture des mailles (mm)	% refus cumulé
0,400	0
0,315	5 à 10
0,210	70 à 90
0,160	100

Le cahier des charges W10 du Ministère de la Région Wallonne prévoit la texture superficielle de différents revêtements routiers en fonction de la hauteur de nivellement :

- pour les bétons brossés en surface : H = 0,75 mm;
- pour les bétons striés : H = 1 mm;
- pour les bétons cloutés en surface : H = 1,25 mm.

D'autre part, dans le projet de norme européenne relatif aux supports en microbéton de référence pour tests, cité par AUSTIN [14], le Surface Rough Index (SRI) permet de classer les surfaces en fonction de leur rugosité : SRI < 200 mm représente une surface rugueuse et SRI > 250 mm signifie une surface douce. Il est difficile de comparer les deux indices dans la mesure où le sable utilisé n'est pas le même (sable 150 – 400  $\mu\text{m}$  pour la méthode CRR et 50 – 100  $\mu\text{m}$  pour la mesure du SRI).

Nous restons néanmoins, avec une hauteur de nivellement de 0,45 mm, dans le cas d'une surface relative peu rugueuse.

## 2.2. Rugosité linéaire

La mesure est effectuée sur des tranches de 5 mm d'épaisseur et 25 cm de long. La surface réelle est évaluée sur clichés photographiques successifs au moyen d'une roulette cartographique. Nous définissons, en accord avec PIRARD [58], la rugosité linéaire comme le rapport entre la longueur réelle et la longueur géométrique :

$$R_\ell = \frac{L_R}{L_G}$$

Nous avons noté, dans le tableau qui suit, outre les paramètres liés à la rugosité, la valeur de la saillie ou du pic maximum observé. La longueur géométrique est dans chaque cas de 150 mm.

Nous constatons que, pour les dalles polies, la rugosité linéaire varie entre 1,01 et 1,03 (avec exception à 1,06) pour une moyenne de 1,02, tandis que pour les dalles sablées, elle varie entre 1,08 et 1,17 avec une moyenne de 1,13. Cette mesure met bien en évidence l'intérêt du sablage au point de vue de l'augmentation de la surface réelle potentielle de contact : ce gain (plus de 10 %, c'est-à-dire plus de 10 cm sur 1 m) est plus important que celui mis en évidence par l'essai à la tache de sable, ce qui est probablement dû à la granulométrie du sable calibré.



Tableau 29 : rugosité linéaire des surfaces sablées et polies

Repère	Longueur réelle (mm)	Rugosité linéaire ( $R_a$ )	Profondeur maximum ( $\mu\text{m}$ )
NP1	159	1,06	$\pm 650$
NP2	154	1,03	2000
NP3	152	1,01	(profil régulier)
NP4	152	1,01	300 (profil régulier)
NP5	154	1,03	(profil régulier)
NP6	153	1,02	(profil régulier)
S1	175	1,17	1000
S2	173	1,15	700
S3	162	1,08	-

Ces résultats appellent l'une ou l'autre remarque : on peut de suite noter que l'on aurait pu travailler plus systématiquement par l'emploi de techniques d'observation et de quantification par analyses d'images.

Nous avons préféré développer ici un autre type de technique et les mesures de rugosité réalisées au microscope n'ont pour but que de visualiser et confirmer les mesures métrologiques.

### 3. ANALYSES PAR PROFILOMETRIE ET SURFOMETRIE

#### 3.1. Introduction

La métrologie des états de surface basée sur le mesurage du profil de surface ou profilométrie sur laquelle s'articule en continuité la surfométrie ou métrologie tridimensionnelle des surfaces, est une technique largement employée en mécanique. Les écarts géométriques, la forme des motifs de surface (typologie) ainsi que leur répartition en surface (topologie) ont une influence non négligeable sur les propriétés et le fonctionnement des pièces mécaniques (frottement, usure, tribologie,...).

L'application pratique de ces techniques à l'étude des surfaces en béton n'est pas sans poser quelques problèmes, à cause des échelles de mesure différentes (en construction, le centimètre est l'unité de référence) et par conséquent de l'inadéquation des matériels utilisés.

#### 3.2. Définitions

La surface d'un corps est le lieu des points du domaine frontière du corps considéré le séparant du milieu extérieur : c'est la surface réelle ou spécifique du corps. La surface mesurée est l'image approximative de la surface réelle obtenue au moyen de l'appareil de mesure.

On peut également définir le profil réel comme la ligne d'intersection de la surface réelle et d'un plan conventionnellement défini par rapport à la surface géométrique. Le profil mesuré est la ligne d'intersection de la surface mesurée avec ce même plan.

La surface réelle obtenue par le procédé de traitement de surface comporte des écarts géométriques de réalisation par rapport à la surface nominale ou géométrique. A partir de la surface produite, l'instrument de contrôle géométrique des surfaces détermine la surface mesurée et permet l'évaluation des écarts géométriques mesurés puis la comparaison par rapport à la surface nominale qui, dans notre cas, correspond à une surface plane.

Les surfaces présentent généralement plusieurs ordres d'écarts géométriques qui se superposent de façon complexe (linéarité, ondulation, rugosité, arrangement structural, réseau moléculaire). Il est souvent malaisé d'effectuer une séparation sans rencontrer des difficultés d'interprétation pour les résultats de mesurage.

Au niveau de l'étude du phénomène d'adhésion entre le béton-support et la barbotine de ciment, les écarts de forme, de longueur d'onde beaucoup plus importante que celle liée à l'effet du sablage, ne nous intéressent pas; il est en effet toujours possible de redresser un échantillon dont l'épaisseur (4,5 cm) n'est pas constante ou qui a été mal découpé.

Ce sont donc l'ondulation et la rugosité qui vont retenir ici notre attention.

On parle d'ondulation quand le rapport entre l'intervalle d'ondulation ( $A_w$ ) et la profondeur d'ondulation ( $W_l$ ) se situent entre 100:1 et 1000:1.

Les ondulations sont essentiellement des écarts se reproduisant périodiquement.

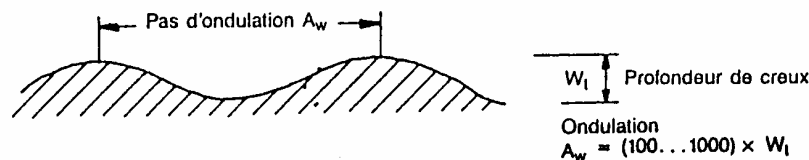


Figure 45 : ondulation de surface



Figure 46 : rugosité de surface

Dans le cas de rugosité, l'écart entre sillons ( $S_m$ ) va de 5 à 100 fois la profondeur de rugosité ( $R_z$ ), les écarts se reproduisant régulièrement ou irrégulièrement.

Si l'intervalle de la largeur des défauts de surface est inférieur à 5 fois la profondeur de vallée, il peut s'agir d'un capillaire, d'un pore ou similaire.

De telles déformations locales ne comptent pas comme rugosité, mais peuvent éventuellement être intégrées au résultat de la mesure de la rugosité.

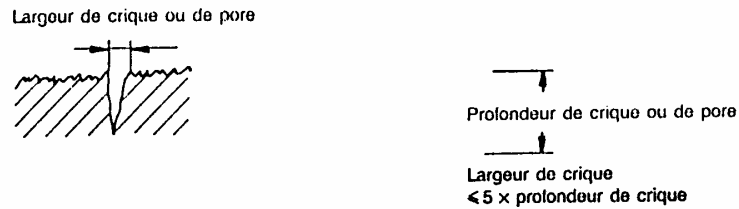


Figure 47 : pore de surface

### 3.3. Appareil électronique à capteur ou profilomètre

Le calcul des paramètres d'état de surface s'effectue à l'aide d'instruments à palpeur, à transformation progressive du profil, c'est-à-dire d'appareils permettant la transformation point après point de l'information obtenue sur le profil de la surface, en une information électrique équivalente.

Ces appareils, appelés aussi profilomètres d'état de surface à contact, sont constitués d'un palpeur, d'un conditionneur/amplificateur, d'une unité mécanique d'avance, d'un calculateur et, selon les cas, d'enregistreurs (imprimantes, tables traçantes,...).

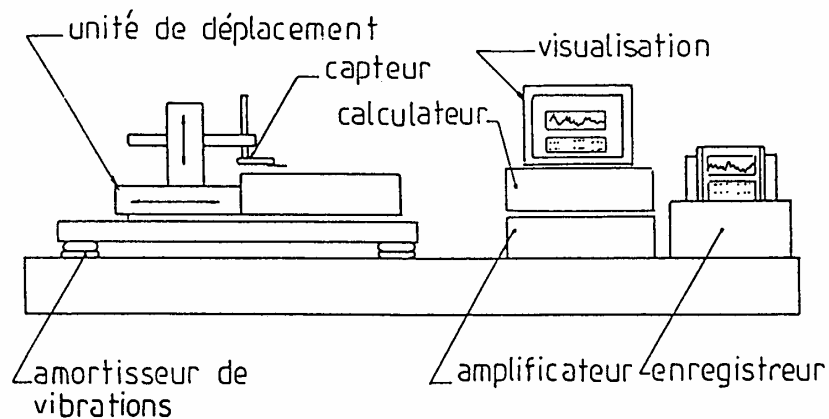


Figure 48 : profilomètre d'état de surface à contact [68]

La géométrie de la pointe du palpeur a une incidence considérable sur la restitution du profil mesuré car, si le rayon du patin est trop grand, certains défauts de courte longueur d'onde – la rugosité – risquent de ne pas être enregistrés.

Nous avons sélectionné un patin présentant une pointe sphérique de rayon  $6 \mu\text{m}$ . Cette précision est largement suffisante vu le type de matériau et la dimension des échantillons analysés. Des essais complémentaires ont été réalisés avec une pointe de  $1,5 \text{ mm}$  de rayon.

### **3.4. Modes de séparation des écarts géométriques**

Le profil de la surface présente en général une combinaison des défauts de forme, des écarts de profil et de l'ondulation, ainsi que de la rugosité.

Le profil total, lorsqu'il a été mesuré, est assimilable à un signal électrique  $u(t)$  dans lequel :

- les composantes "forme" et "défaut de forme" sont des composantes de très basse et basse fréquence;
- la composante "ondulation" est une composante de moyenne fréquence;
- les composantes "rugosité" sont des composantes de haute fréquence.

Le filtrage va permettre de ne laisser passer que certaines fréquences, comme le criblage permet de séparer différentes granulométries de matériaux. Rappelons que le diamètre du patin du palpeur constitue un premier filtrage mécanique, comme indiqué plus haut.

Pour séparer les défauts de forme, ondulation et rugosité, on utilise généralement les filtres électriques. Ces filtres de profil éliminent partiellement, voire totalement, les composants de grandes longueurs d'onde (défaut de forme et ondulation) ou les composants de courtes longueurs d'onde (rugosité).

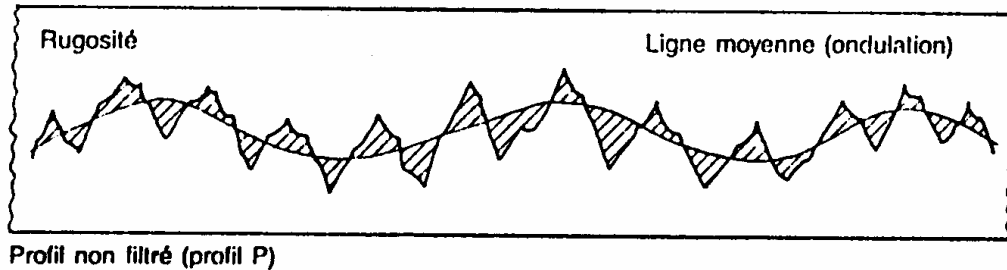
Les filtres agissent de manière à réduire de 50 % l'amplitude initiale d'une onde sinusoïdale lorsque sa longueur d'onde correspond à la caractéristique du filtre.

Si, par exemple, pour une onde de 0,8 mm de la surface à mesurer, il est utilisé un filtre de longueur d'onde limite 0,8 mm, l'amplitude d'ondulation se réduit à 50 % de sa hauteur initiale, c'est-à-dire que 50 % de l'onde sont supprimés par le filtre. Le pourcentage restant de 50 % est affecté à la rugosité.

L'avantage de ce filtre est qu'il ne déphase pas le signal de sortie. Ceci permet donc, en soustrayant au profil total le profil d'ondulation issu du filtrage, de calculer le profil de rugosité.

### **3.5. Paramètres d'état de surface**

La détermination des paramètres d'état de surface normalisés est effectuée à l'intérieur de limites définies. La condition d'une détermination correcte des paramètres d'état de surface est de trouver une base sûre sous la forme d'une ligne de référence pour ces paramètres. Celle-ci est en général définie mathématiquement par une ligne moyenne, qui a la forme du profil géométrique et qui divise le profil mesuré de telle sorte que, dans les limites de la longueur de base, la somme des carrés des ordonnées des points du profil mesuré par rapport à la ligne moyenne soit minimale.



*Figure 49 : obtention par calcul de la ligne moyenne au moyen du filtre électrique de profil pour différencier ondulation et rugosité*

Les normes allemandes et françaises permettent de définir les paramètres de rugosité et d'ondulation par rapport à la ligne moyenne, en termes de caractéristiques physiques (profondeur maximum des saillies,...) ou statistiques (écart moyen arithmétique du profil,...). On trouvera, en annexe, les illustrations des principaux paramètres utilisés (annexe III).

*Tableau 30 : liste des paramètres d'état de surface*

Symbole	Paramètre
$X_t$	profondeur totale du profil
$X_a$	moyenne arithmétique des altitudes
$X_z$	profondeur moyenne
$X_p$	hauteur de saillie maximale
$X_m$	profondeur de creux maximale
$X_q$	moyenne quadratique des altitudes
$S_k$	asymétrie de la distribution
$S_m$	écart moyen des sillons (pas moyen des irrégularités du support)
$S$	nombre de pics

La lettre X est remplacée par P lorsqu'on parle du profil total, par W lorsqu'il s'agit de l'ondulation et par R pour la rugosité.

Une dernière information intéressante retirée de ces analyses de surface est le taux de longueur portante (ou taux de portance) défini comme le rapport en pourcentage (%) entre le profil rencontré par une ligne de coupe  $c$  donnée et la longueur de référence  $l$ .

Si les valeurs du taux de portance sont déterminées sur toute la hauteur du profil de la surface en un nombre de plans de coupe aussi grand que possible et représentées graphiquement, on obtient alors la courbe d'ABBOTT. La courbe d'ABBOTT représente la transcription graphique de la variation du taux de portance  $t_p$ .

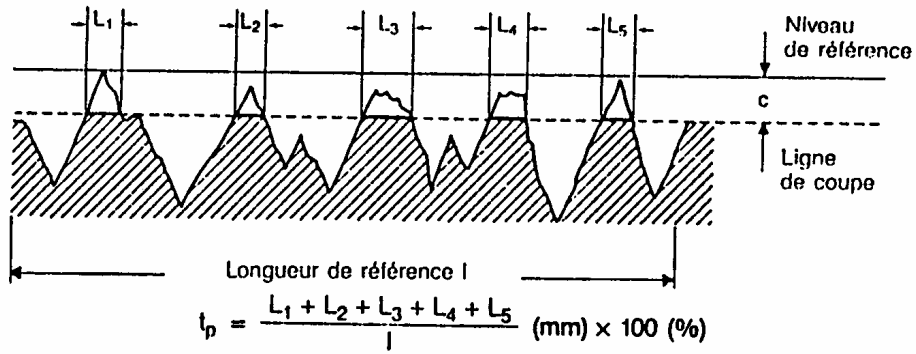


Figure 50 : taux de portance

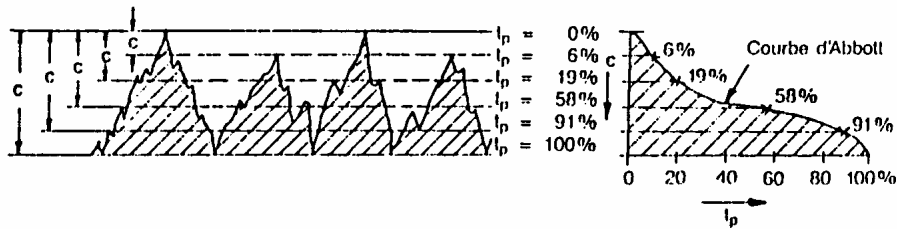


Figure 51 : courbe d'ABBOTT (courbe de taux de portance)

La courbe d'ABBOTT fournit une image particulièrement éloquent de la configuration du profil de la surface.

Si la courbe descend progressivement, il s'agit d'un profil plein avec peu de creux. Une courbe descendant brutalement permet d'en déduire une surface fortement crevassée.

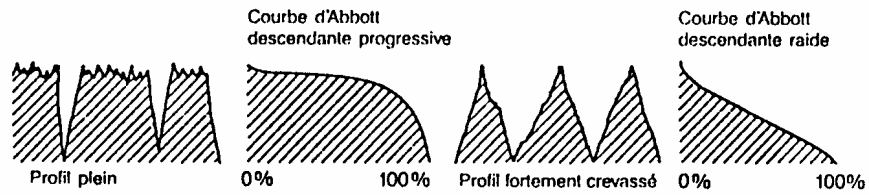


Figure 52 : information donnée par la courbe d'ABBOTT (courbe du taux de portance)

Ces analyses ont été effectuées sur les échantillons de dalles sablées et polies.

## 4. INTERPRETATION DES RESULTATS D'ESSAIS

### 4.1. Paramètres de mesure

Les principaux paramètres de mesure à définir sont :

- la surface traitée;
- le pas de mesure;
- la gamme de mesure;
- le diamètre de la tête du palpeur.

La surface traitée peut être limitée par la taille des échantillons; c'est le cas notamment pour les analyses sur granulats (de 2 à 4 mm). La plupart du temps, c'est plutôt la fréquence de la reproductibilité de l'ondulation ou de la rugosité qui va dicter le choix des dimensions de la surface traitée; les résultats montrent, dans notre cas, qu'une surface de  $\pm 20$  mm de côté permet d'avoir une idée assez précise de la forme du profil général. D'autre part, des surfaces de telles dimensions permettent de limiter raisonnablement la durée de la mesure, définie également par la valeur du pas.

Le pas de mesure est lié, d'une part à la longueur de référence et, d'autre part, à la forme et aux dimensions des pics et creux de la surface : si les fréquences d'apparition des pics et des creux sont élevées, une valeur trop grande du pas de mesure, c'est-à-dire de la distance entre deux mesures, risque de masquer une grande partie de l'information.

Un pas trop petit est également inadapté car il prend des mesures en nombre trop important, ce qui allonge inutilement le temps de mesure.

*Tableau 31 : pas de mesure sélectionnés pour les différentes surfaces analysées*

Surfaces	Pas de mesure ( $\mu\text{m}$ )	Surface de référence (mm)	Nombre de mesures
Surfaces polies	300	$\pm 20 \times 20$ et $\pm 35 \times 35$	$\pm 4360$
Granulats	50	$\pm 3 \times 3$	$\pm 3600$
Surfaces sablées	350	$\pm 10 \times 14$ et $\pm 35 \times 35$	1140 et 10000

Un dernier paramètre est la gamme de mesure, c'est-à-dire l'amplitude maximale acceptable par le système d'acquisition. Etant donné la rugosité des échantillons soumis aux mesures, la gamme maximale admissible par l'appareil du service EMT (Professeur J. BOZET) a été sélectionnée, soit 1000  $\mu\text{m}$ . Si cette valeur restait acceptable pour les surfaces polies et les granulats, elle s'est avérée insuffisante pour les surfaces sablées. Nous avons dû, pour un certain nombre de mesures, modifier en l'allongeant, le capteur muni d'une pointe sphérique de 1,5 mm de rayon, de façon à éliminer la rugosité, en ne retenant plus que l'ondulation.

## 4.2. Profilométrie sur dalles

La profilométrie ne constitue pas une fin en soi : elle nous a permis d'avoir une première idée de la forme - encore que ce terme soit inadéquat dans le cas présent car nous ne nous intéressons pas à des écarts de forme de la surface. Cette appréciation qualitative est étayée par le calcul des différents paramètres d'ondulation et de rugosité, définis précédemment dans le Tableau 30.

Le profil obtenu dans un premier temps est le profil total non filtré.

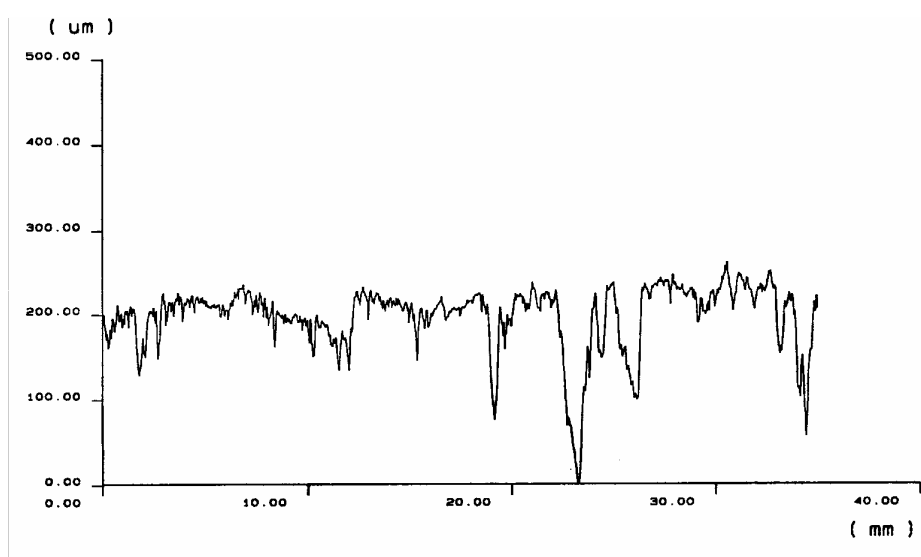


Figure 53 : profil total sur dalle polie PA1 (profilométrie)

Ce profil total est défini par les 3 paramètres principaux d'état de surface  $P_a$  ("rugosité" moyenne),  $P_p$  (hauteur de la saillie maximale) et  $P_t$  (profondeur totale du profil), par rapport à la ligne moyenne.

Nous avons ensuite procédé au filtrage du profil total de façon à mettre en évidence les grandes longueurs d'onde (ondulation) et les petites longueurs d'onde (rugosité). La longueur d'onde limite  $\lambda_c$  qui est la longueur d'onde d'une onde sinusoïdale qui est encore retransmise à 50 % de son amplitude initiale, a été choisie égale à 0,8 mm.

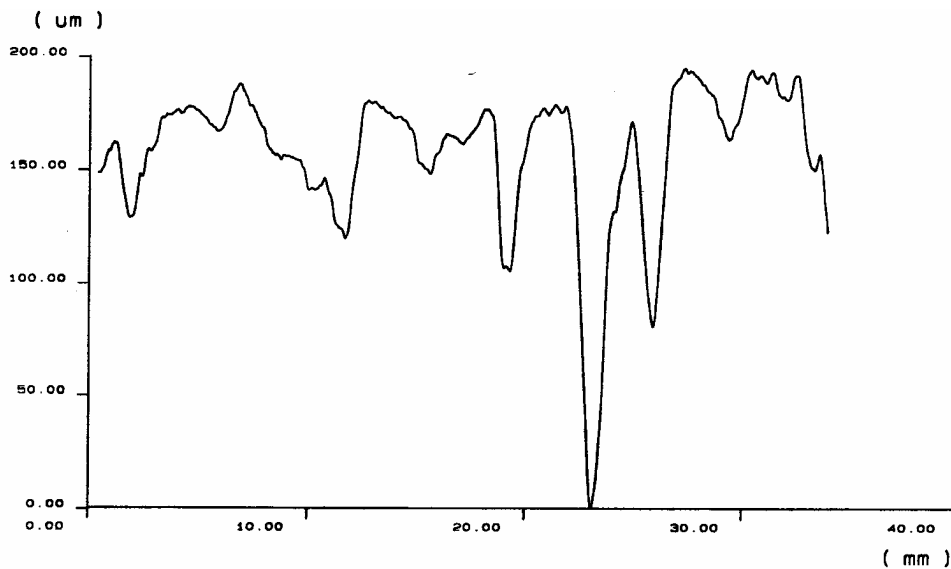
Mais comment savoir si le bon filtre a été choisi ?

Une première indication est la forme de l'ondulation qui doit correspondre au mieux à la forme générale du profil total; il faut bien entendu éviter d'écraser l'ondulation générale du profil. Ensuite, il est intéressant de comparer les paramètres  $P_a$  et  $W_a$ , ainsi que  $P_t$  et  $W_t$ , qui doivent être semblables entre le profil total et l'ondulation. En effet, s'il y a une trop grande différence, cela signifie que les saillies et les creux ont été trop écrêtés par une longueur d'onde limite trop grande.

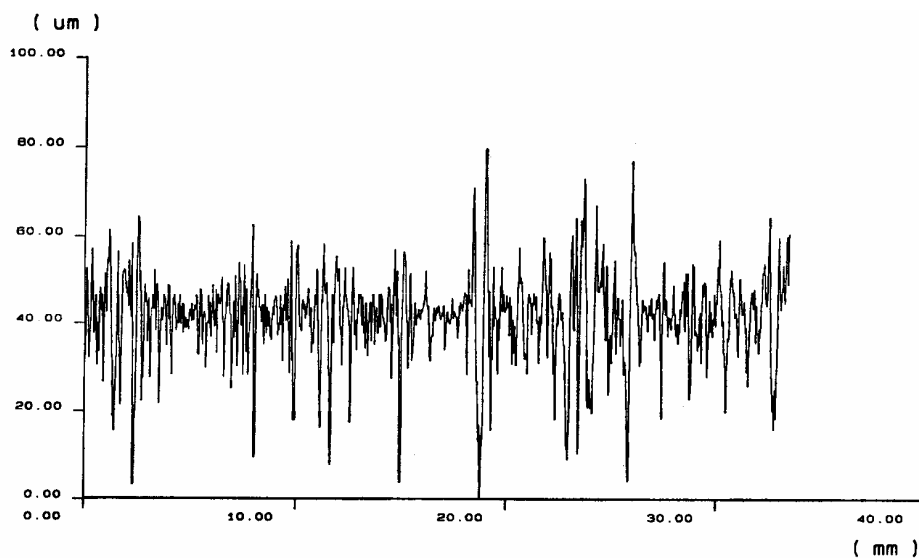


Il existe une série de normes (allemandes, françaises, américaines,...) qui donnent des indications sur le filtre à choisir en fonction de la périodicité ou de l'absence de périodicité du profil total, la plus souvent liée au mode de préparation de la pièce mécanique (tournage, fraisage, rodage,...). Mais ces règles sont quelque peu inadaptées dans notre cas.

Nous avons donc travaillé par essais et erreurs, en cherchant le filtrage qui détruisait le moins l'allure générale du profil total. Ce filtrage a permis d'obtenir l'ondulation et la rugosité du profil total, définis par leurs principaux paramètres.



*Figure 54 : ondulation sur dalle polie PA1 (profilométrie)*



*Figure 55 : rugosité sur dalle polie PA1 (profilométrie)*

Tableau 32 : paramètres d'ondulation et de rugosité des dalles sablées et polies (en  $\mu\text{m}$ )

Paramètre	Ondulation		Paramètre	Rugosité	
	Dalles sablées	Dalles polies		Dalles sablées	Dalles polies
$W_a$	130,49	19,5	$R_a$	16,22	8,38
$W_p$	395,63	42,2	$R_p$	29,06	17,03
$W_q$	162,47	26,61	$R_q$	19,79	10,43
$W_v$	366,62	105,21	$R_z$	15,76	11,83
$W_t$	797,64	149,73	$R_t$	121,93	102,46
			$S_k$	- 0,09	- 0,23

Il apparaît que :

- paramètre  $X_p$  (hauteur de saillie maximale) : pour ce qui concerne le profil d'ondulation,  $W_p$  est 9,4 fois plus grand pour les dalles sablées que pour les dalles polies. Dans le cas du profil de rugosité, ce rapport vaut seulement 1,7;
- paramètre  $X_t$  (hauteur maximale du profil) : pour le profil d'ondulation, le rapport entre dalles sablées et dalles polies vaut 5,3 tandis qu'il vaut 1,2 pour la rugosité.

A partir de ces deux paramètres ( $X_p$  et  $X_t$ ), il est possible de déterminer la valeur de la profondeur de creux maximal puisque  $X_t = X_p + X_m$ .

Tableau 33 : calcul du paramètre  $X_m$  (en  $\mu\text{m}$ )

	Dalles sablées	Dalles polies	Rapport dalles sablées/dalles polies
Ondulation $W_m$	399,01	107,53	3,7
Rugosité $R_m$	92,87	85,43	1,1

Il est par conséquent évident que les saillies sont beaucoup plus importantes pour les dalles sablées que pour les dalles polies tandis que les creux, pour autant que le palpeur puisse les détecter et mesurer leur profondeur, restent toujours plus profonds pour les dalles sablées que pour les dalles polies, mais dans une proportion nettement plus faible (3,7 fois pour l'ondulation et seulement 1,1 fois pour la rugosité). Cette observation semble logique dans la mesure où le sablage n'a que peu d'effet en profondeur mais agit plutôt sur la partie en saillie, en éliminant la partie tendre (pâte de ciment) et en conservant la partie dure (granulats).

- Paramètre  $X_a$  (écart moyen arithmétique du profil) : cet écart est nettement plus large pour les dalles sablées que pour les dalles polies en ondulation (6,7 fois) alors que cet écart est à nouveau plus faible pour la rugosité (1,9 fois).
- Paramètre  $X_q$  (écart moyen quadratique du profil) : les mêmes conclusions peuvent être tirées de l'étude de ce paramètre.

- Paramètre  $S_k$  (asymétrie) : une asymétrie négative signifie que le maximum de la courbe de distribution d'amplitude se trouve au-dessus de la ligne moyenne. Ceci est particulièrement vrai pour les surfaces polies qui obtiennent un résultat 2,6 fois plus grand que pour les surfaces sablées. La surface polie présente donc de meilleures caractéristiques de portance, ce qui sera confirmé dans le chapitre suivant.

L'analyse de ces paramètres permet de toute façon de noter que la différence entre les paramètres relatifs aux dalles sablées et polies se marque avant tout au niveau du profil d'ondulation. La rugosité, telle que définie ici (hauteur maximale du profil  $R_t$  de l'ordre de  $90 \mu\text{m}$ , largeur des creux de quelques  $\mu\text{m}$ ), concerne plutôt ce qu'il convient d'appeler la porosité de surface de la pâte de ciment et accessoirement celle des granulats s'il y a lieu d'en tenir compte. C'est donc l'ondulation qui va jouer au niveau de l'interpénétration mécanique et surtout de l'augmentation de la surface spécifique du support.

Nous avons réalisé une analyse discriminante basée sur la comparaison de 3 ou 4 paramètres ( $X_a$ ,  $X_t$ ,  $X_p + X_q$ ) de façon à différencier les préparations de dalle du point de vue de leur rugosité et surtout dans le but de mettre en évidence le caractère discriminant de tel paramètre. Nous avons de plus introduit une variable supplémentaire qui est le filtrage du signal enregistré ; nous obtenons ainsi un tableau d'analyse dont les variables sont :

- le type de préparation de dalle (sablée ou polie) ;
- le filtrage du signal (profil total, ondulation, rugosité) ;
- le paramètre d'état de surface ( $X_a$ ,  $X_t$ ,  $X_p + X_q$ <sup>21</sup>).

Nous avons alors vérifié le caractère discriminant des paramètres d'état de surface pour un type de filtrage donné ; dans tous les cas, et comme on s'y attendait par un simple examen visuel des résultats, les paramètres analysés permettent de discriminer les surfaces sablées et polies, avec un taux de reclassement de 100 %.

Le programme STATISTICA<sup>®</sup> permet également de vérifier que le caractère discriminant entre les états de surface est conservé si l'on ne prend en compte qu'une partie ou une seule des variables. Cet exercice a permis de montrer que, dans tous les cas de filtrage, c'est la variable  $X_a$  qui est la plus discriminante entre le sablage et le polissage, avec un taux de reclassement de 100 %.

Nous pouvons également noter que les 4 variables sont assez fortement corrélées, ce qui n'est pas non plus surprenant dans la mesure où elle ne sont que des représentations géométriques différentes d'une même mesure.

Ces résultats sont pour nous fondamentaux : dans l'essai de représentation modélisée de la surface, nous savons maintenant que le paramètre  $X_a$  joue un rôle important et que sa mesure va nous permettre de discriminer des états de surface.

---

<sup>21</sup> le paramètre  $R_q$  n'a pas été introduit dans l'analyse basée sur le profil total car, dans ce cas, la mesure n'a pas été effectuée.

### 4.3. Surfométrie sur dalles

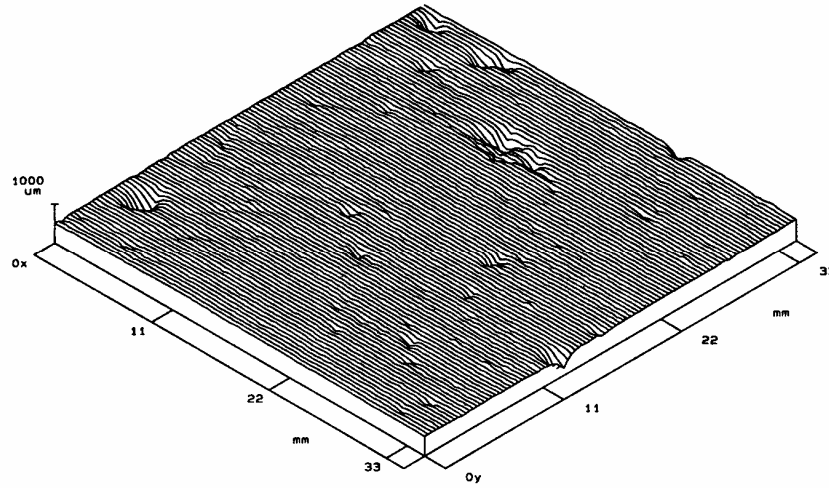
Une seconde campagne de mesures a été entamée avec le palpeur modifié (longueur plus importante et bille d'extrémité de rayon 1,5 mm) et a permis d'obtenir des résultats comparables entre dalles sablées et dalles polies. La Figure 56 donne un exemple de visualisation tridimensionnelle des surfaces obtenues, rectifiée par le plan des moindres carrés.

Comme déjà précisé précédemment, l'effet principal de ce nouveau palpeur est de cacher le spectre des hautes fréquences et de mettre en évidence celui des basses fréquences, représentatives du phénomène d'ondulation de surface. Ceci est particulièrement évident lorsque l'on compare les paramètres statistiques ou les paramètres d'amplitude sur la surface redressée et la surface brute filtrée en basses fréquences : les valeurs obtenues sont du même ordre de grandeur, tandis que les paramètres relatifs à la rugosité du support sont très faibles et peu significatifs par rapport aux paramètres d'ondulation (voir Tableau 34).

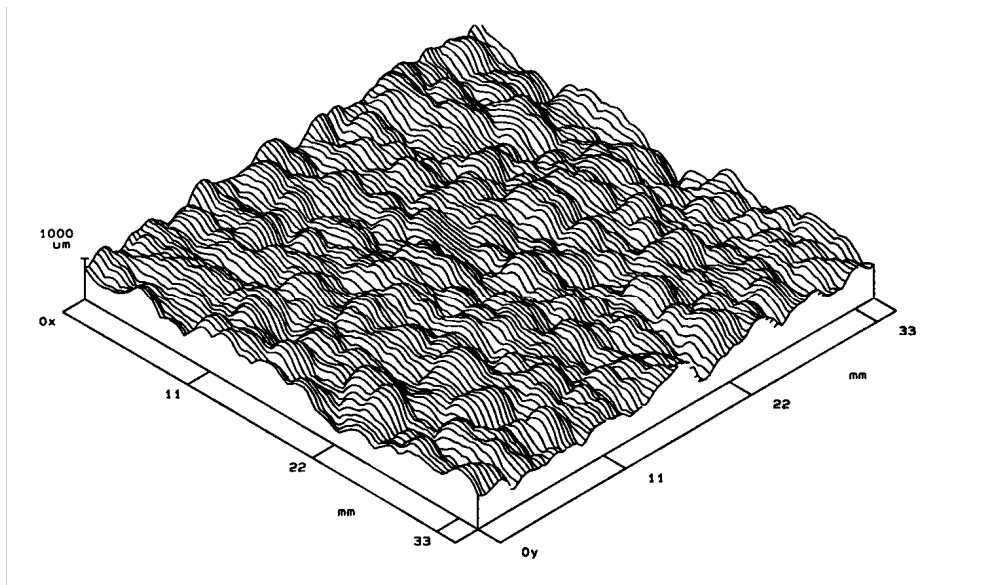
**Tableau 34 : paramètres statistiques et d'amplitude mesurés sur surface sablée A14 (mesures en  $\mu\text{m}$ )**

Surface redressée		Basses fréquences		Hautes fréquences	
SP <sub>t</sub>	1310,05	SW <sub>t</sub>	1288,69	SR <sub>t</sub>	384,73
SP <sub>a</sub>	156,24	SW <sub>a</sub>	151,88	SR <sub>a</sub>	8,57
SP <sub>q</sub>	195,47	SW <sub>q</sub>	190,17	SR <sub>q</sub>	14,37
SP <sub>p</sub>	502,43	SW <sub>p</sub>	491,74	SR <sub>p</sub>	188,59
SP <sub>v</sub>	807,61	SW <sub>v</sub>	796,95	SR <sub>v</sub>	196,14
SP <sub>tm</sub>	474,99	SW <sub>tm</sub>	446,15	SR <sub>tm</sub>	76,33
SP <sub>pm</sub>	253,04	SW <sub>pm</sub>	237,39	SR <sub>pm</sub>	32,29
SP <sub>vm</sub>	221,95	SW <sub>vm</sub>	208,76	SR <sub>vm</sub>	44,04
PS <sub>mx</sub>	5802,01	WS <sub>mx</sub>	6298,18	RS <sub>mx</sub>	1791,66
PS <sub>my</sub>	5567,45	WS <sub>my</sub>	6006,80	RS <sub>my</sub>	1727,82

Une première analyse des résultats porte sur la comparaison des paramètres statistiques et d'amplitude. La seconde partie de l'analyse a pour but d'étudier la portance des surfaces, ainsi que l'évaluation du volume libre potentiellement « occupable » par la barbotine de ciment en contact avec le support.



*Dalle polie PA4*



*Dalle sablée A11*

*Figure 56 : représentation tridimensionnelle des surfaces de béton*

## 4.3.1. ANALYSE DES PARAMETRES STATISTIQUES

Outre les paramètres  $X_t$ ,  $X_a$  et  $X_q$ , nous avons introduit les paramètres  $X_{sk}$ , appelé skewness<sup>22</sup> de la surface considérée et  $X_{ek}$ , kurtosis<sup>23</sup> de la surface considérée.

**Tableau 35 : paramètres statistiques d'ondulation des surfaces polies et sablées  
(mesures en  $\mu m$ )**

Paramètre	Dalles polies				Dalles sablées			
	PA1	PA2	PA3	PA4	A11	A12	A13	A14
$W_t$	743	320	220,4	501,8	1178	965,7	1246	1289
$W_a$	32,92	15,41	10,79	19,65	126,51	141,76	151,16	151,88
$W_q$	50,52	22,98	16,83	31,97	157,65	174,81	187,33	190,17
$W_{sk}$	- 3,65	- 3,46	- 3,28	- 4,2	- 0,16	0,11	- 0,17	- 0,37
$W_{ek}$	28,66	29,89	23,53	35,44	3	2,55	2,94	3,33

Le test statistique du t de STUDENT montre une différence entre dalles sablées et polies. Cette différence est beaucoup moins nette pour le paramètre  $W_t$  à cause de la valeur exceptionnelle de PA1, correspondant à un "accident" de surface.

## 4.3.2. PARAMETRES D'AMPLITUDE

Les paramètres donnant les hauteurs de saillies (pic) ou de vallées (creux) sont déjà définis précédemment. Ils permettent, avec les paramètres statistiques, de définir le profil de la surface (voir à ce sujet le chapitre relatif à l'étude de la profilométrie). Un paramètre important dans la modélisation de la surface est le pas moyen des irrégularités  $X_{sm}$ , c'est-à-dire la distance moyenne sur un axe (X ou Y) séparant deux intersections de la surface avec le plan moyen.

**Tableau 36 : paramètres d'amplitude de l'ondulation des surfaces polies et sablées  
(mesures en  $\mu m$ )**

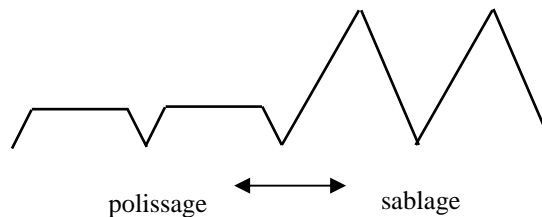
Paramètre	Dalles polies				Dalles sablées			
	PA1	PA2	PA3	PA4	A11	A12	A13	A14
$W_{tm}$	147,37	50,21	37,77	81,9	430,94	430,65	431,80	446,15
$W_{pm}$	32,43	20,97	13,04	21,9	206,03	228,08	196,73	237,39
$W_{vm}$	114,94	29,23	24,74	60	224,91	202,57	235,07	208,76
$WS_{mx}$	7184,66	6799,78	4226,77	6948,83	5498,9	6297,56	5958,05	6298,18
$WS_{my}$	7179,27	4741,86	4644,98	5805,70	5161,2	5976,68	6252,98	6006,8

<sup>22</sup> skewness : quotient de la moyenne des altitudes des différents points élevés au cube par le cube du paramètre  $X_q$

<sup>23</sup> kurtosis : quotient de la moyenne des altitudes des différents points élevés à la puissance 4 par le paramètre  $X_q$  élevé à la puissance 4

Le test statistique du t de STUDENT, appliqué pour les trois premiers coefficients, met en évidence une différence nette entre les surfaces sablées et polies : il s'agit donc de paramètres significatifs pour la caractérisation des surfaces.

La quantification de la différence du pas moyen des irrégularités suivant les axes X ou Y n'a pas beaucoup de sens ni de signification pour nous : s'il est vrai que le polissage semble introduire une orientation préférentielle de l'ondulation pour les granulats polis, cet effet est beaucoup moins évident en ce qui concerne la surface dans son ensemble. D'autre part, cette constatation semble fort peu à propos pour ce qui concerne les surfaces sablées. C'est la raison pour laquelle nous avons considéré les valeurs des paramètres  $S_{mx}$  et  $S_{my}$  comme provenant d'une même population. Le test statistique a porté sur la comparaison entre surfaces sablées et polies et a permis de conclure qu'il n'existe pas de différence significative entre les deux types. Tout se passe donc comme si la fréquence d'ondulation restait la même, quelle que soit la préparation de surface.

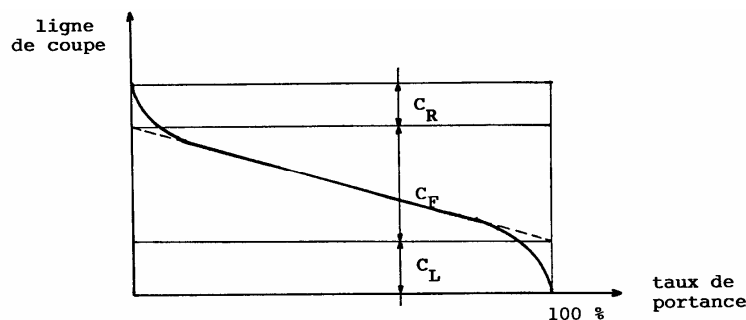


*Figure 57 : symbolisation de l'effet du polissage sur l'état de surface*

De ce point de vue, nous avons affaire à une surface isotrope. C'est plutôt l'amplitude des ondulations qui va caractériser la différence entre les deux types de surfaces.

#### 4.3.3. COURBES DE PORTANCE

Les paramètres d'état de surface dérivés de la courbe d'ABBOTT permettent d'analyser non seulement la profondeur des creux, mais également la forme du profil.



$C_R$  = hauteur relative de pics

$C_F$  = profondeur du profil, à l'exclusion des pics et des creux dépassant

$C_L$  = hauteur relative des creux

*Figure 58 : paramètres de la courbe d'ABBOTT*

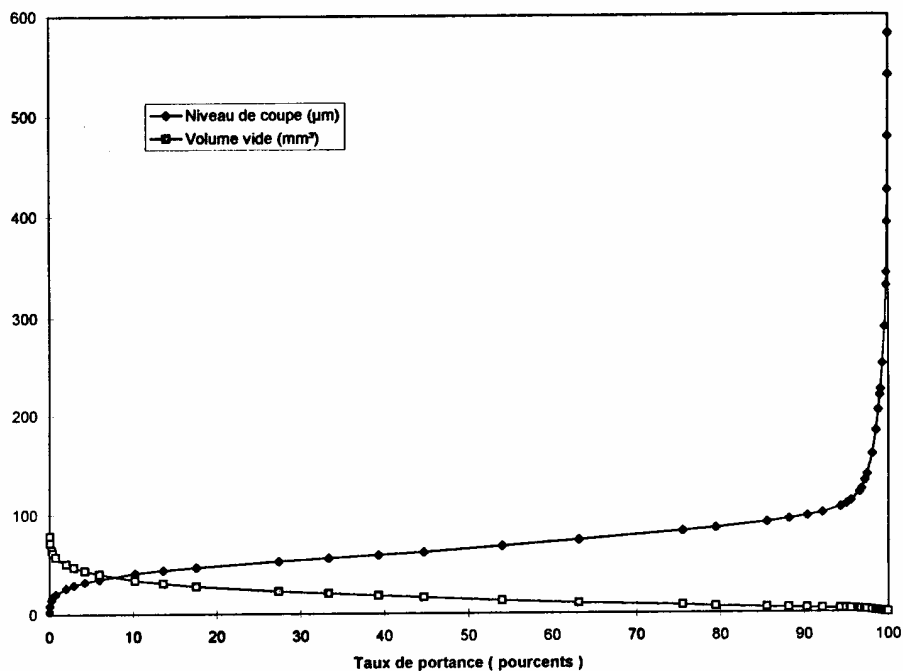
Le paramètre  $C_F$  donne une information sur la platitude de la surface : plus la pente du profil est faible, plus la valeur de  $C_F$  est petite. Le paramètre  $C_L$  donne quant à lui une idée de l'importance du volume vide, en dessous du domaine du profil intérieur. Le tableau ci-après permet une comparaison de ces paramètres pour les deux types de préparation de surface.

**Tableau 37 : paramètres de la courbe d'ABBOTT pour les surfaces sablées et polies**

Paramètre	Dalles polies				Dalles sablées			
	PA1	PA2	PA3	PA4	A11	A12	A13	A14
$C_R$	26,4	16,07	10,55	18,93	158,76	190,04	181,61	163,26
$C_F$	55,26	26,34	16,52	29,78	237,46	270,9	284,29	278,75
$C_L$	71,93	32,55	35,60	48,88	228,97	233,51	262,54	289,20

L'analyse statistique des résultats confirme la différence significative entre les coefficients obtenus pour les surfaces sablées et polies. La valeur relative des paramètres  $C_R$  et  $C_L$  pour les dalles polies montre que la surface comporte bien plus de creux que de saillies, ce que nous savions intuitivement et que nous avons déjà mis en évidence dans l'étude des paramètres d'amplitude en profilométrie : c'est donc une technique très intéressante pour la discrimination des surfaces.

L'analyse de la courbe du taux de portance permet également de définir, en fonction du niveau de coupe, le volume de vides sous-jacent, correspondant à un taux de portance défini. La Figure 59 montre l'allure de courbes permettant d'évaluer ce volume "libre" en fonction du niveau de coupe.



**Figure 59 : évolution du volume de vides en fonction du niveau de coupe de la courbe de taux de portance (dalle polie PA4)**



Le volume moyen disponible peut être évalué comme suit.

**Tableau 38 : volume des vides des surfaces sablées et polies**

Surface		Taux de portance (%)	Niveau de coupe ( $\mu\text{m}$ )	Volume des vides ( $\text{mm}^3$ )
Sablée	A11	0,04	6,52	517,06
	A12	0,02	5,19	558,1
	A13	0,05	6,72	567,25
	A14	0,02	6,61	587
<b>Moyenne :</b>				<b>557,35</b>
Polie	PA1	0,14	4,52	107,8
	PA2	0,06	2	38,78
	PA3	0,02	2,86	54,17
	PA4	0,06	2,95	78,95
<b>Moyenne :</b>				<b>69,93</b>

*N.B. : il faut être bien conscient que la hauteur maximum des profils vaut 1245  $\mu\text{m}$  pour les surfaces sablées et 542  $\mu\text{m}$  pour les surfaces polies.*

Le volume du matériau d'apport nécessaire pour remplir toutes les anfractuosités de surface est donc 8 fois plus grand pour les dalles sablées que pour celles qui sont polies; ce volume constitue un volume global et ne prend pas en compte la forme des "trous" qui, vu la forme de la courbe de portance et les valeurs du paramètre  $C_F$ , sont plus étroits pour les surfaces polies et présentent plutôt une forme en "bouteille à encre" (ou queue d'aronde) pour les surfaces sablées.

Les dimensions de cette ondulation de surface sont telles que la pénétration de la barbotine ne sera pas due à des pressions capillaires mais plutôt à la pression extérieure, mise en œuvre au moment de l'application.

## 5. MODELISATION DE LA SURFACE

Cette modélisation, ou tentative de représentation 2D de la surface sablée ou polie, vise à définir, à l'aide des paramètres et observations réalisés précédemment, quelques données fondamentales dans notre étude :

- la représentation tridimensionnelle d'une surface polie et d'une surface sablée;
- la définition exacte du coefficient de WENZEL;
- la caractérisation de la surface spécifique en fonction de la technique de préparation de surface.

### 5.1. Représentation 2D des surfaces sablées et polies

Différents paramètres ont déjà été définis :

- la fréquence des ondulations, semblable pour les surfaces sablées et polies;
- la forme du profil, définie par la courbe de portance de la surface;
- la profondeur des creux ( $W_m$ ) qui reste sensiblement la même pour les surfaces polies et sablées;
- la hauteur maximum des saillies ( $W_p$ ) qui est beaucoup plus importante pour les dalles sablées que les surfaces polies;
- le coefficient  $C_F$  de profondeur du profil, ainsi que le volume des vides en fonction du taux de portance.

Nous avons observé que la fréquence des ondulations pouvait être considérée comme identique pour les deux types de surfaces, et pour les directions X et Y. Nous avons donc affaire à une surface isotrope qui peut être définie, à partir de la courbe de portance; nous avons porté en abscisse la valeur de la portance, ramenée sur une longueur correspondant au pas moyen de l'ondulation, en fonction du niveau de coupe. Cette manipulation permet de reproduire le profil d'ondulation de façon à pouvoir "dessiner" un profil moyen des dalles sablées et polies.

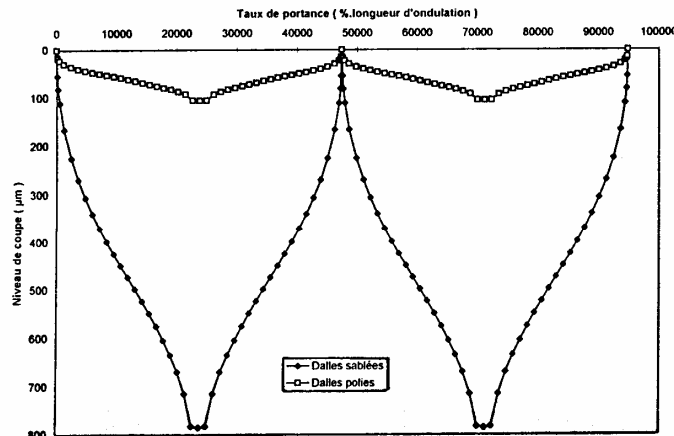


Figure 60 : ondulation des dalles sablées et polies – représentation 2D

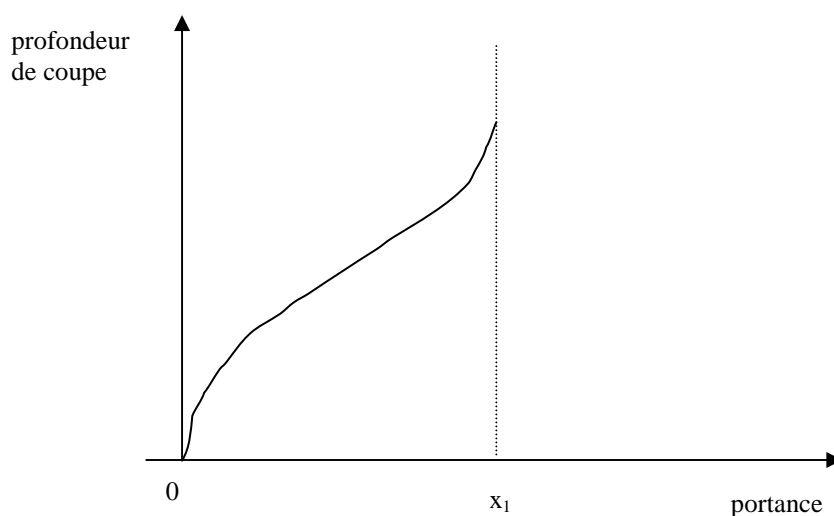
L'analyse de la forme générale de la courbe montre l'existence du point d'inflexion, ainsi que la parfaite symétrie par rapport à la profondeur maximum de coupe. Nous avons donc choisi a priori l'option d'un polymère du 3<sup>o</sup> degré, avec conditions aux limites :

$$y(x) = a + bx + cx^2 + dx^3 \quad \text{quand } x < x_1$$

et

$$g(x) = a + b(2x_1 - x) + c(2x_1 - x)^2 + d(2x_1 - x)^3 \quad \text{quand } x_1 < x < 2x_1$$

où  $y(x)$  = la fonction de portance sur la première partie de l'ondulation  
 $g(x)$  = la fonction de portance sur la deuxième partie de l'ondulation, au-delà de la valeur de  $x$  correspondant à la profondeur maximum de coupe  $x_1$ .



**Figure 61 : illustration du calcul de régression non linéaire sur la forme de la courbe d'ondulation**

La régression non linéaire réalisée sur les profils de portance des dalles sablées et polies permet d'obtenir les relations analytiques.

**Tableau 39 : coefficients de régression des courbes-enveloppes des profils des dalles sablées et polies**

	Dalles sablées	Dalles polies
a	0	0
b	$85,185 \cdot 10^{-3}$	$12,032 \cdot 10^{-3}$
c	$5 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
d	0	0
$x_1$	24044	24283
$r^2$	0,986	0,947

L'intérêt de cette mise en équation du profil d'ondulation réside essentiellement dans la possibilité de comparer les profils théoriques, et éventuellement de les optimiser en fonction des caractéristiques mécaniques attendues. Cela nous a également permis d'apprécier l'intérêt de l'analyse de la courbe du taux de portance qui apparaît essentielle dans la discrimination des surfaces. Et finalement, les mesures réalisées et paramètres calculés constituent un pas important dans la caractérisation des surfaces, peut-être plus que le modèle final.

## 5.2. Adaptation du coefficient de WENZEL

L'évaluation de la rugosité de surface par les méthodes découlant de la profilométrie et de la surfométrie présente l'avantage d'être systématique et rigoureuse. Les analyses statistiques discriminantes ont montré que c'était le paramètre  $X_a$  qui permettait de mieux de « différencier » la rugosité des surfaces sablées et polies.

Le coefficient de WENZEL représente donc l'effet de la rugosité de la surface sur l'angle de mouillage et interviendra dans l'analyse des paramètres thermodynamiques qui influencent l'appétence.

C'est donc ici plutôt le profil de rugosité que le profil d'ondulation qui nous intéresse car c'est à ce niveau que l'effet sur la mouillabilité de la surface va se faire sentir.

Nous proposons donc d'adopter pour le coefficient de WENZEL modifié, le rapport des paramètres de rugosité moyenne  $R_a$  des dalles sablées et polies :

$$r_{fm} = \frac{R_{as}}{R_{ap}}$$

Les valeurs mesurées dans le cadre de cette recherche sont reprises dans le Tableau 40.

**Tableau 40 : paramètre de rugosité moyenne  $R_a$  sur dalles sablées et polies**

Type de dalle	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Moyenne
Sablée	15,95	15,29	17,88	15,75	16,22
Polie	7,15	7,41	10,65	8,33	8,39
Coefficient de WENZEL modifié :					1,93

Le calcul du coefficient de WENZEL à partir de l'observation de l'interface au microscope ne doit pas être comparé à cette valeur car les ordres de grandeurs sont différents. C'est plutôt sur le profil d'ondulation que l'opération peut être effectuée.

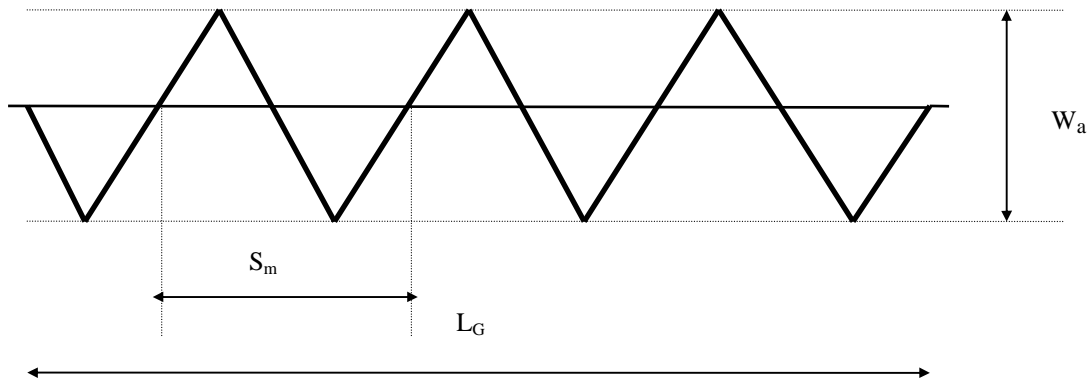
### 5.3. Estimation de la longueur effective du profil

Nous choisissons à nouveau le paramètre le plus discriminant pour l'évaluation de l'effet de la préparation de surface :  $R_a$  représente en effet l'écart théorique entre deux lignes qui seraient obtenues si les aires des zones pleines au dessus de la ligne médiane ainsi que les zones de creux sous la ligne médiane étaient transformées en rectangle de même grandeur. C'est donc une caractéristique "moyenne" de la rugosité et, dans ce cas-ci, de l'ondulation de surface.

**Tableau 41 : paramètre de rugosité moyenne  $W_A$  sur dalles sablées et polies (mesures en  $\mu m$ )**

Type de dalle	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Moyenne
Sablée	126,58	114,4	140,09	140,89	130,49
Polie	21,98	16,26	23,99	15,77	19,5

L'écart théorique est donc 6,7 fois plus grand pour les dalles sablées que pour les dalles polies. La longueur développée du profil peut être estimée à partir du paramètre  $R_A$  et du pas moyen du profil  $S_m$ .



avec  $W_a$  : moyenne arithmétique des altitudes  
 $S_m$  : pas moyen des ondulations  
 $L_G$  : longueur géométrique  
 $L_W$  : longueur développée du profil (longueur spécifique)

**Figure 62 : paramètres fondamentaux pour le calcul de la surface spécifique des dalles sablées et polies**

La relation permettant le calcul de la surface développée peut s'énoncer :

$$L_W = \frac{L_G}{S_m} \cdot \left( 4 \cdot \sqrt{\left(\frac{W_a}{2}\right)^2 + \left(\frac{S_m}{4}\right)^2} \right)$$

qui peut être simplifiée et s'écrire :

$$L_W = \frac{L_G}{S_m} \sqrt{4 W_a^2 + S_m^2}$$

Appliquée aux mesures réalisées sur dalles sablées et polies que nous avons analysées, nous obtenons respectivement :

- dalles sablées :  $L_W = 1,001158 L_G$
- dalles polies :  $L_W = 1,000022 L_G$ .

Nous réalisons ici le très faible effet du sablage que nous avons appliqué à la dalle support puisque le gain en terme de longueur développée du profil est à peine de 0,11 % par rapport à la surface géométrique de référence. Ceci peut expliquer les faibles différences observées au niveau de l'adhérence.

Il apparaît utile de comparer les mesures de rugosité (ondulation) réalisées suivant les différentes méthodes que nous avons utilisées.

**Tableau 42 : comparaison des résultats de mesure de la rugosité**

Type de dalle	Tache de sable	$R_f$	$L_W/L_G$
Sablée	0,45	1,13	1,001158
Polie	0,19	1,02	1,000022
Sablée/polie	2,37	1,11	1,0011

#### 5.4. Conclusions

Cette comparaison montre que les méthodes empiriques ou semi-empiriques semblent surestimer l'importance de l'ondulation et donc de la surface de contact. Il est clair que la précision des mesures diffère considérablement :

- tache de sable : diamètre au 0,5 cm;
- microscope : relevé sur photo au mm;
- surfométrie/profilométrie : micron.

Mais en tout état de cause, il est préférable de se baser sur la mesure plus rigoureuse réalisée par surfométrie ou profilométrie, en définissant le pas de mesure, les dimensions ainsi que la gamme de mesures afin d'obtenir un profil mesuré le plus proche possible du profil réel.

La méthode d'analyse est particulièrement efficace et permet de différencier les états de surface; les référentiels de mesure ainsi que les adaptations que nous avons dû réaliser permettent à présent une utilisation sûre et efficace.

En conclusion, nous pouvons ajouter qu'il est inutile de recalculer les valeurs d'adhérence-traction<sup>24</sup> sur dalles sablées à partir de la surface spécifique du support dans la mesure où le coefficient de correction apporté dans ce cas est négligeable. Dans d'autres cas de préparation de surface, le calcul de  $L_w$  permettra néanmoins d'en tenir compte.

---

<sup>24</sup> dans le cas où la rupture a eu lieu à l'interface.

## CHAPITRE VIII

### DETERMINATION DES GRANDEURS THERMODYNAMIQUES

#### 1. INTRODUCTION

La mesure des tensions superficielles des liquides et des solides est réalisée directement ou indirectement. Les appareillages employés sont en général très spécifiques et ne sont pas nécessairement adaptés à l'ensemble des produits à analyser.

Ainsi en est-il de l'évaluation de la tension superficielle des solides que nous avons étudiés : nous avons signalé, d'un point de vue purement théorique, les facteurs qui pouvaient influencer la valeur de l'angle de contact. Outre la rugosité, dont nous avons pu mesurer l'influence au chapitre précédent, la porosité modifie la forme de la bulle de liquide déposée sur le solide et influence donc la lecture de l'angle de contact.

Une appréciation plus précise de la tension superficielle des solides  $\gamma_s$  peut être réalisée par une méthode basée sur l'absorption capillaire d'un liquide par la poudre obtenue par broyage du solide. La loi de WASHBURN s'applique dans ce cas et, connaissant la constante du matériau<sup>25</sup>, on peut estimer la valeur de l'angle de contact  $\cos \theta$  et, finalement, de  $\gamma_s$ .

Ne possédant pas ce genre d'appareillage, nous avons dû réaliser nos mesures de tension superficielle des solides au moyen d'un goniomètre classique. Nous avons soigné la préparation des échantillons de façon à limiter autant que faire se peut l'effet de la rugosité et de la porosité mais nous sommes conscients que les mesures réalisées dans le cadre de cette approche ne valent essentiellement que dans leur valeur comparative : il reste aujourd'hui illusoire de vouloir les considérer dans leur signification absolue. Cela pourrait en effet conduire à une série d'inepties et surtout à une réduction simpliste – même si pas simple – du problème de l'appétence.

Les mesures ont été réalisées dans nos laboratoires ainsi que, pour la tensiométrie des liquides et certaines mesures au goniomètre, dans la laboratoire de Chimie-Physique de l'Institut für Bauforschung de la Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule à Aachen (Service du Professeur H.R. SASSE).

#### 2. DETERMINATION DE LA TENSION SUPERFICIELLE DES LIQUIDES

La mesure de la tension superficielle des liquides a été réalisée par la méthode de la plaque de WILHELMY sur un tensiomètre KRÜSS K10 BCD.

---

<sup>25</sup> cette constante peut notamment être déterminée par la mesure de la remontée capillaire d'un produit pur (n-hexane).

Quatre produits ont été sélectionnés pour être utilisés comme produits liquides, en plus de l'eau distillée, dans le calcul de l'angle de contact que fait une goutte de ces liquides avec un support en béton.

Il s'agit de :

- diméthylformamide;
- 2-diméthyléthanolamine;
- 3-diméthylamino - 1,2 - propanediol;
- tétraméthylène sulfone.

Ces 4 produits sont des produits purs de laboratoire, dont les caractéristiques sont garanties par le fabricant. Nous avons testé un produit supplémentaire, le  $\alpha$ -bromonaphtalène, qui est un produit présentant des propriétés spéciales [49] [50] [53]; en effet, cette substance est chimiquement constituée de telle sorte que la composante polaire de sa tension superficielle est nulle. Si on dépose une goutte de ce produit sur un support quelconque, il n'y a donc pas de possibilité d'interaction polaire et seules les forces dispersives entrent en jeu : ceci permet de définir la composante dispersive de la tension superficielle du solide.

**Tableau 43 : tensions superficielles des liquides de référence**

<b>Produit</b>	<b>Température (°C)</b>	<b>Tension superficielle (mN/m)</b>
Diméthylformamide	23,1	36,3
2-diméthyléthanolamine	22,9	27,95
3-diméthylamino-1,2-propanediol	22,8	36,1
Tétraméthylène sulfone	23	49,6
$\alpha$ -bromonaphtalène	23,1	42,5
Eau distillée	23,2	71,1

La mesure de la tension superficielle des barbotines modifiées ou non avec les adjuvants a été réalisée sur la phase liquide extractable de chacun des mélanges, suivant la procédure décrite au chapitre IX.4.1.

Le tableau ci-après présente les valeurs moyennes sur les liquides centrifugés.

**Tableau 44 : tensions superficielles des solutions centrifugées de barbotine**

<b>Mélange</b>	<b>Température (°C)</b>	<b>Tension superficielle moyenne (mN/m)</b>
I	23,5	66,3
II	23,3	70,3
III	23,2	67,3
IV	23,3	49,1
V	23,2	67,8
VI	23,3	66,3
VII	23,3	70,6
VIII	23,3	42,4



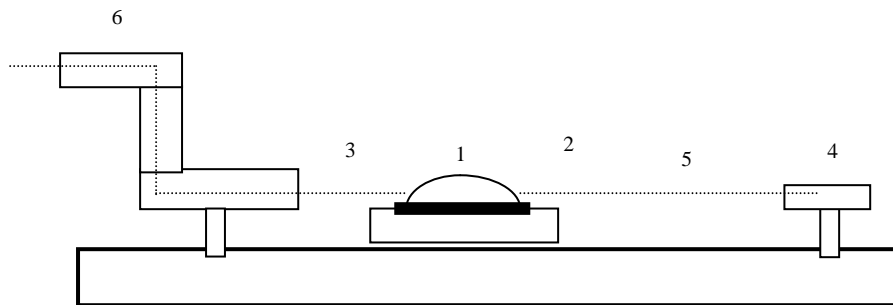
Seules les solutions IV (copolymère vinyle) et VIII (fumées de silice et superplastifiant) semblent présenter des comportements significativement différents.

### 3. DETERMINATION DES ANGLES DE CONTACT

Cette détermination est réalisée au moyen d'un goniomètre qui permet, par un système optique semblable à celui du microscope, d'agrandir l'image de la goutte déposée sur le support; le calcul et la détermination de l'angle de contact peuvent alors être effectués directement sur l'image agrandie.

La détermination des angles de contact permet de :

- calculer la tension superficielle critique  $\gamma_c$  relative à un solide donné;
- calculer, à partir des liquides de référence, la tension superficielle du solide  $\gamma_s$ ;
- calculer la tension interfaciale  $\gamma_{SL}$  entre un liquide et un solide donné.



1. goutte de liquide
2. surface solide à analyser
3. support amovible
4. source lumineuse
5. faisceau lumineux
6. système de visée

*Figure 63 : principe de fonctionnement du goniomètre*

Les mesures ont été réalisées en déposant sur le support à tester une goutte de liquide calibrée à 2 mm<sup>3</sup> au moyen d'une seringue; cinq gouttes minimum sont déposées sur chaque support et les lectures sont effectuées après 20 secondes, 1 minute et 2 minutes. Ceci permet d'apprécier la constance des propriétés de surface du matériau, ainsi que sa capacité éventuelle d'absorption.

Quatre types de support ont été testés, dans le but d'apprécier le comportement d'un support en béton. Dans la mesure où il n'est pas possible ni réaliste d'effectuer des mesures d'angle de contact sur des bétons, nous avons essayé d'étudier les granulats et la pâte de ciment séparément. Nous avons dès lors réalisé des mesures sur granulats ainsi que sur des échantillons sciés de la roche dont proviennent ces granulats.

Ensuite, nous avons réalisé des films de barbotine ( $\pm 3$  à 5 mm d'épaisseur) coulés sur papier anti-adhérent Mylar.

Ces échantillons ont été conservés pendant 28 jours à 100 % H.R. avant essai. L'un d'eux a été enduit d'un hydrofuge et un autre mélange a été réalisé en incorporant du bleu de méthylène qui sert, pour d'autres applications, à distinguer visuellement le support de la barbotine de ciment. Les quatre supports testés sont donc les suivants :

- pâte de ciment E/C = 0,4;
- pâte de ciment E/C = 0,4 + bleu de méthylène;
- pâte de ciment E/C = 0,4 + hydrofuge<sup>26</sup>;
- roche (sciée et granulat).

### 3.1. Première campagne de mesures

La première campagne de mesures visait à déterminer la tension superficielle des solides analysés au moyen des liquides de référence, à partir de la relation définie au chapitre IV.4.5. qui permet, moyennant la connaissance des composantes polaires et dispersives de deux liquides, ainsi que de l'angle de contact de ces liquides avec le solide étudié, de calculer la tension superficielle du solide. Le tableau ci-après reprend les moyennes des mesures d'angles de contact après 20 secondes.

Pour l'étude des caractéristiques thermodynamiques de surface, il est préférable de prendre en compte la valeur "instantanée" ou quasi instantanée dans la mesure où n'interviennent pas encore les phénomènes décrits plus haut (adsorption, rugosité,...).

*Tableau 45 : angles de contact des liquides de référence sur les barbotines de ciment et la roche (mesures à 20 secondes)*

Support	Liquide de référence				
	eau distillée	tétra-méthylène sulfone	diméthyl-formamide	2-diméthyl-éthanolamine	$\alpha$ -bromo-naphtalène
Pâte de ciment	57,5	59,1	21,8	21,5	11
Pâte de ciment + bleu de méth.	32,6	31,6	13,3	0	15,2
Pâte de ciment + hydrofuge	120	112	49	0	65,8
Roche sciée	43,1	21	0	0	0
Granulat	35,9	18,3	0	0	non mesuré

Un traitement statistique, par analyse de variance à multicritères, a été réalisé sur les mesures d'angles de contact (variable dépendante), en prenant le temps, le type de support et le type de liquide comme variables explicatives. Les résultats de cette analyse permettent de tirer les conclusions suivantes :

<sup>26</sup> les commentaires et explications sur les produits utilisés seront donnés au paragraphe 3.7.6.

- le temps a un effet significatif sur la mesure de l'angle de contact : il existe donc bien une différence entre les mesures après 20 secondes et les mesures après 2 minutes;
- le type de support a un effet significatif sur la mesure de l'angle de contact : les quatre types de support présentent un comportement différent vis à vis des angles de contact. Si la différence est hautement significative entre le support hydrofugé et les autres types de support, elle l'est beaucoup moins entre pâtes de ciment et roche. D'autre part, la différence entre roche sciée et granulats concassés provient sans doute de la difficulté de mesurer l'angle de contact sur un support peu lisse;
- le type de liquide de référence employé a un effet significatif sur la mesure de l'angle de contact : deux liquides semblent néanmoins présenter le même type de comportement vis-à-vis des supports : il s'agit du diméthylformamide et de l' $\alpha$ -bromonaphtalène;
- il n'y a pas d'interaction temps/support et temps/liquide, ce qui signifie que le temps a toujours le même effet sur la mesure de l'angle de contact quels que soient le support et le liquide employés;
- il existe une interaction entre le liquide et le support, ce qui est finalement l'effet recherché dans ces mesures d'angles de contact.

Le temps de mesure est un paramètre important, qu'il convient de préciser en fonction des enseignements que l'on souhaite tirer des mesures réalisées : instantanées ou à long terme.

Les supports montrent un comportement différent. Nous devons donc continuer à étudier tous les supports et notamment celui modifié au bleu de méthylène qui semble avoir un effet significatif sur les mesures d'angles de contact.

### **3.2. Seconde campagne de mesures**

La seconde campagne de mesures a pour objet la détermination des angles de contact entre les liquides obtenus par centrifugation des barbotines de ciment modifiées ou non et des quatre types de supports testés précédemment.

Nous nous approchons ainsi de ce qui se passe dans la réalité : c'est en fait la phase liquide de la barbotine de ciment qui entre en contact avec le support, pénètre en surface en entraînant éventuellement des grains de ciment ou de fumée de silice. La solution interstitielle de la pâte de ciment est donc le véhicule ou fluide porteur qui va se retrouver en contact avec les granulats et la pâte de ciment durcie du support.

Tableau 46 : angles de contact des barbotines centrifugées avec les différents types de supports

Liquide	Supports							
	Pâte de ciment		Pâte + bleu de méthylène		Pâte + hydrofuge		Roche sciée	
	20 sec.	2 min.	20 sec.	2 min.	20 sec.	2 min.	20 sec.	2 min.
I	12	9	38	35	115	113	16	11
II	17	14	26	21	126	123	19	13
III	19	15	16	11	130	129	23	17
IV	21	18	17	14	122	120	21	16
V	32	29	39	32	111	110	23	18
VI	23	21	26	19	127	125	29	20
VII	34	31	32	27	124	120	21	26
VIII	8	5	38	33	103	98	16	8
Eau	58	50	33	27	120	116	43	35

Un traitement statistique a également été réalisé sur les mesures d'angle de contact, à partir du temps, des supports et des solutions comme variables explicatives. Nous arrivons exactement aux mêmes conclusions en ce qui concerne les effets des différents paramètres, ainsi que l'absence d'interaction temps/support et temps/solutions. L'interaction entre les supports et les solutions est significative et nous avons mis en évidence un comportement différent essentiellement pour la solution VII (barbotine de ciment sans adjuvant) par rapport aux solutions I, II, III, IV, V et VIII ainsi que, dans une moindre mesure, pour la solution VIII (barbotine de ciment modifiée aux fumées de silice et superplastifiant), par rapport aux solutions II, III, VI et VII.

### 3.3. Mesure sur parafilm avec $\alpha$ -bromonaphtalène

Le PARAFILM<sup>®</sup> (American Can Compagny) est un film plastique [35] en polyéthylène caractérisé par une composante polaire de sa tension superficielle qui est nulle. Connaissant  $\gamma_S^d$  du PARAFILM<sup>®</sup> et l'angle de contact que fait une goutte de liquide X sur le PARAFILM<sup>®</sup>, on en déduit immédiatement la composante dispersive  $\gamma_L^d$  de la tension superficielle du liquide X.

On peut alors calculer la valeur de la composante polaire à partir de  $\gamma_L$ .

Tableau 47 : moyenne des mesures de l'angle de contact sur PARAFILM® à 20 secondes

Liquide	Angle de contact
Eau distillée	101
Diméthylformamide	52
Tétraméthylène sulfone	71
Diméthyléthanolamine	35
Diméthylamino-propanediol	64
$\alpha$ -bromonaphtalène	26,5
I	98
II	100
III	94
IV	94
V	99
VI	100
VII	93
VIII	74

Le papier siliconé de protection du film est enlevé juste avant chaque mesure. Nous observons des valeurs tout à fait semblables pour les différentes barbotines et l'eau, à l'exception de celle modifiée aux fumées de silice et superplastifiant (VIII), qui montre un angle de contact plus faible. Notons également que les mesures réalisées après 1 et 2 minutes sont quasi identiques, ce qui prouve la qualité de surface du PARAFILM® et qu'il peut donc être pris comme référence.

La détermination de la tension superficielle du PARAFILM® est réalisée à partir de la mesure de l'angle de contact de l' $\alpha$ -bromonaphtalène (liquide complètement apolaire) et de l'équation de OWENS et WENDT modifiée qui se réduit à :

$$\gamma_S^d = \frac{(\cos \theta_{brom} + 1)^2}{4} \gamma_{brom}$$

D'après nos mesures, la valeur de  $\gamma_S^d$  du PARAFILM® est de 38,15 mN/m. ROUXHET [35] trouve une valeur de 38,56 mN/m tandis que BUSSCHER cité par ROUXHET [35] annonce une valeur de 25,5 mN/m. Ce matériau de référence permet alors de déterminer les composantes polaires des tensions superficielles des liquides.

### 3.4. Détermination des composantes dispersives et polaires des liquides et des supports

Le calcul des composantes dispersives des liquides peut s'opérer à partir de l'équation de OWENS et WENDT modifiée, dans laquelle  $\gamma_S^p = 0$  :

$$\gamma_L^d = \frac{1}{\gamma_S^d} \left[ \frac{(1 + \cos \theta)}{2} \gamma_L \right]^2 \quad \text{et} \quad \gamma_L^p = \gamma_L - \gamma_L^d$$

On en déduit  $\gamma_L^p$  par différence avec la valeur de  $\gamma_L$  donnée dans le Tableau 43 et le Tableau 44.

**Tableau 48 : composantes polaires et dispersives des liquides de référence et des barbotines centrifugées (mN/m)**

Liquide	Composante dispersive $\gamma_L^d$	Tension superficielle $\gamma_L$	Composante polaire $\gamma_L^p$
Eau distillée*	21,7	71,1	49,4
Diméthylformamide	22,5	36,3	13,8
Tétraméthylène sulfone	28,3	49,6	21,3
Diméthyléthanolamine	16,9	27,95	11,05
Diméthylamino-propanediol	17,7	36,1	18,4
I	21,35	66,3	44,95
II	22,1	70,3	48,2
III	25,7	67,3	41,6
IV	13,7	49,1	35,4
V	21,4	67,8	46,4
VI	19,7	66,3	46,6
VII	29,3	70,6	41,3
VIII	19,2	42,4	23,2

\* ces valeurs sont conformes à ce que l'on peut trouver dans la littérature [35], [49], [53].

Le même genre de réflexion peut être mené afin de définir les composantes polaire et dispersive du support (barbotine et barbotine modifiée).

A partir de l'équation de OWENS et WENDT modifiée qui exprime la tension interfaciale en termes de moyenne géométrique des tensions superficielles des corps en présence, on peut déterminer, par régression linéaire, la pente et l'intercepte à l'origine de l'équation :

$$\frac{\gamma_L (1 + \cos \theta)}{2 (\gamma_L^d)^{1/2}} = (\gamma_S^p)^{1/2} \frac{(\gamma_L^p)^{1/2}}{(\gamma_L^d)^{1/2}} + (\gamma_S^d)^{1/2}$$

et en déduire les composantes dispersive et polaire de la surface solide. Le travail a été accompli pour les 4 types de surfaces analysées avec les 4 liquides de référence, l'eau et les 8 solutions interstitielles de barbotine.

**Tableau 49 : détermination de la tension superficielle du support  $\gamma_s$** 

Support	Tension superficielle (mN/m)		
	$\gamma_s^d$	$\gamma_s^p$	$\gamma_s$
Pâte de ciment	31,65	12,69	44,34
Pâte de ciment + bleu de méthylène	34,47	12,39	46,87
Pâte de ciment + hydrofuge	14,86	0,01	14,87
Roche	37,08	12,40	49,48
Verre	20,54	22,85	43,39
Papier siliconé	12,59	5,41	18

La comparaison avec les résultats de WIERTZ [15], qui a travaillé sur plaque de verre sensée représenter le béton et papier siliconé pour le béton hydrofugé, donne des valeurs des tensions superficielles  $\gamma_s$  semblables, même si la part des composantes polaire et dispersive est légèrement différente.

Nous pouvons déduire de nos calculs une valeur approximative de la tension superficielle du béton à partir de la loi de mélanges (65/35) représentant la répartition granulats/pâte de ciment en surface du béton que nous avons étudié :

$$\gamma_s^{\text{béton}} = 0,65 \gamma_s^{\text{roche}} + 0,35 \gamma_s^{\text{pâte}} = 47,68 \text{ mN/m}$$

Mais il est bien clair que la barbotine appliquée sur le support en béton sera en contact ou bien avec le granulats, ou bien avec la pâte de ciment : appliquer la loi de mélanges nous permet de réduire le nombre de paramètres et de simplifier le problème mais n'est évidemment pas représentatif de la réalité.

Il est également opportun de rappeler que, étant donné la dispersion des résultats de mesure d'angles de contact, il serait illusoire de considérer que les supports, à l'exception de celui qui est hydrofugé, ont des tensions superficielles fondamentalement différentes.

#### 4. CALCUL DES PARAMETRES D'INTERACTION

Nous avons déterminé au chapitre IV.4.3., que les conditions optimales définissant une appétence élevée du joint, passait par la minimisation de l'énergie interfaciale  $\gamma_{SL}$ , qui correspond à une valeur du module d'énergie minimale :

$$a_{\min} = (\gamma_s/\gamma_L)_{\min} = \begin{cases} \frac{2m}{(1+m)\phi_o^2} & \text{pour } m < 1 \\ \frac{1}{\phi_o^2} & \text{pour } m \geq 1 \end{cases}$$

Nous allons d'abord calculer la valeur de la tension interfaciale  $\gamma_{SL}$  à partir de l'équation de OWENS et WENDT :

$$\gamma_{SL} = \gamma_s + \gamma_L - 2(\gamma_L^d \cdot \gamma_s^d)^{1/2} - 2(\gamma_L^p \cdot \gamma_s^p)^{1/2}$$

ainsi que le travail  $W_A$  correspondant :

$$W_A = \gamma_L + \gamma_S - \gamma_{SL} = 2 \left( \gamma_L^d \cdot \gamma_S^d \right)^{1/2} + 2 \left( \gamma_L^p \cdot \gamma_S^p \right)^{1/2}$$

Tableau 50 : détermination des tensions interfaciales  $\gamma_{SL}$  (mN/m)

Liquides	Supports				
	Pâte de ciment	Pâte de ciment + bleu de méthylène	Pâte de ciment + hydrofuge	Roche sciée	Béton
I	10,88	11,71	44,21	12,29	11,8
II	12,28	13,09	47,54	13,63	13,2
III	8,65	9,23	41,8	9,62	9,3
IV	9,40	10,62	34,24	11,60	10,8
V	11,56	12,39	45,64	12,97	12,5
VI	12,06	12,99	45,59	13,65	13,1
VII	8,25	8,67	42,45	8,90	8,7
VIII	3,12	3,90	22,52	4,59	4,1
Eau	12,95	13,78	48,65	14,35	-

Tableau 51 : détermination des travaux d'adhésion  $W_A$  (mJ/m<sup>2</sup>)

Liquides	Supports				
	Pâte de ciment	Pâte de ciment + bleu de méthylène	Pâte de ciment + hydrofuge	Roche sciée	Béton
I	99,76	101,46	36,96	103,49	102,18
II	102,36	104,08	37,63	106,14	104,82
III	102,99	104,94	40,37	107,15	105,7
IV	84,04	85,35	29,73	86,98	85,95
V	100,58	102,28	37,03	104,31	103
VI	98,58	100,18	35,58	102,13	100,89
VII	106,69	108,81	43,02	111,18	109,61
VIII	83,62	85,37	34,75	87,28	86,01
Eau	102,49	104,19	37,32	106,23	-

Le calcul de  $\gamma_{SL}$  et  $W_A$  amène quelques remarques :

- le calcul de la tension interfaciale et du travail d'adhésion est basé sur une répartition surfacique 65/35 (voir chapitre VI.7.4.);
- la difficulté de la prise des mesures, et en particulier de l'angle de contact, rend les différences entre barbotines parfois difficiles d'interprétation : la conclusion importante est que les tensions interfaciales sont faibles et les travaux d'adhésion élevés. Il est probable que, si les valeurs de tension superficielle des liquides sont relativement précises, la détermination des angles de contact est peu précise et, comme le signale ROUXHET [35] dans le cadre de ces recherches, ces valeurs n'ont d'intérêt que comparativement à d'autres.



Ce sont d'une part les très faibles valeurs de  $\theta$  (souvent en dessous de  $20^\circ$ ) et d'autre part la variation importante des mesures sur un même support qui nous font dire que la méthode du goniomètre est peu valable et qu'il serait préférable de s'orienter vers un appareil basé sur le principe de la loi de WASHBURN :

car mesurer de très faibles valeurs de  $\theta$  conduit rapidement à des imprécisions importantes;

- les grandeurs que nous déterminons ici sont relatives à la relation qui se crée entre les barbotines liquides et le support en béton solide : il ne s'agit donc pas d'une liaison solide/solide et le travail d'adhésion ne représente pas tel quel "l'état" des liaisons à l'interface entre les matériaux durcis. Toutefois, notre intérêt est la détermination de la relation liquide/solide qui conditionne l'appétence du liquide pour le solide et sa corrélation éventuelle avec l'adhérence.

Nous avons ensuite déterminé et calculé l'ensemble des paramètres thermodynamiques, pour les 4 types de supports analysés (annexe IV).

## 5. ANALYSE DES RESULTATS

Nous avons défini précédemment un certain nombre de conditions ou de "critères" susceptibles de nous aider à classer les différents produits appliqués en fonction de leur appétence vis-à-vis des supports.

Cette analyse intègre les paramètres définis précédemment et notamment :

- la répartition 65/35, correspondant au pourcentage de surface de contact barbotine/roche et barbotine/pâte de ciment;
- le coefficient de WENZEL pour les dalles sablées.

### 5.1. Traitement statistique des paramètres thermodynamiques

Le traitement statistique n'est pas une fin en soi mais il doit nous permettre de mettre en évidence un certain nombre de variables indépendantes permettant d'"expliquer" le comportement d'une variable dépendante. C'est à partir de là qu'il est possible de déterminer quels seront les facteurs à prendre en compte pour établir une régression ou corrélation entre la variable dépendante et les variables explicatives discriminantes.

Dans un premier temps, nous avons réalisé une analyse statistique discriminante sur les variables "type de support" (3 groupes) et "type de barbotine" (8 groupes).

Aucune des variables indépendantes présentées en annexe IV ( $W_A/W_L$ ,  $\gamma_{SL}/\gamma_L$ ,  $\gamma_{SL}/\gamma_S$ ,  $a$ ,  $a_{\min}$ ,  $m$ ,  $\phi$ ) ne permet de discriminer le type de support de façon significative au seuil de 95 %. Cela signifie donc que le fait pour la barbotine de ciment d'être en contact avec la pâte de ciment du support ou la partie rocheuse n'a que peu d'influence sur son comportement car elle ne fait pas la "différence".

Il existe, par contre, quelques facteurs qui permettent d'expliquer la variable "type de barbotine" : en effet, si  $\phi$ ,  $m$ ,  $a$  ou  $a_{\min}$  ne permettent pas de discrimination significative, les variables  $W_A/\gamma_L$ ,  $\gamma_{SL}/\gamma_L$  et surtout  $\gamma_{SL}/\gamma_S$  permettent d'obtenir des taux de reclassement proches de 100 % : il est donc possible, connaissant la valeur de  $\gamma_{SL}/\gamma_S$ , de définir le type de barbotine qui a été utilisé. Cette variable peut donc constituer un facteur fondamental de corrélation entre adhérence et paramètres thermodynamiques dans la mesure où il permet de tenir compte du type de barbotine appliquée.

Différents critères permettent d'apprécier les potentialités du développement de l'adhésion entre la couche d'apport et le support : nous allons à présent les passer en revue.

## 5.2. Application du critère de mouillabilité

Ce critère ne constitue pas à proprement parlé un critère d'adhérence mais il donne une indication importante sur la qualité du contact entre les couches d'apport et le support. En effet, plus l'angle  $\theta$  est faible, meilleur sera l'étalement du liquide sur le support et donc plus grande sera la possibilité de créer des interactions entre les deux corps en présence.

Le Tableau 52 présente les angles de contact mesurés sur les 4 types de support à partir des solutions de barbotines centrifugées; nous avons déjà fait part de nos remarques sur la précision des mesures.

Une analyse de variance multicritère des résultats a mis en évidence le comportement différent des solutions VII et VIII, mais pour des raisons diamétralement opposées; alors que la barbotine de ciment présente des angles de contact plus grands que les autres solutions, la barbotine avec fumées de silice et superplastifiant donne des angles de contact très faibles<sup>27</sup>. On peut classer, pour les différents supports, les solutions par ordre croissant des angles de contact.

Tableau 52 : classement des angles de contact par ordre croissant<sup>28</sup>

Support	Classement							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Pâte de ciment	VIII	I	II	III	IV	VI	V	VII
Pâte de ciment + bleu	III	IV	VI	II	VII	I	VIII	V
Pâte de ciment + hydrofuge	VIII	V	I	IV	VII	II	VI	III
Roche	I	VIII	II	IV	VII	V	III	VI

<sup>27</sup> le caractère particulier de cette barbotine a déjà été mis en évidence lors de la mesure de sa tension superficielle, qui était nettement plus faible que les autres; ce comportement peut être mis en relation avec l'effet des produits tensio-actifs.

<sup>28</sup> ce classement est indépendant du temps de mesure

Si les 3 autres types de support semblent conduire au même genre de classement, le support "barbotine de ciment + bleu de méthylène" semble donner quelques résultats contradictoires.

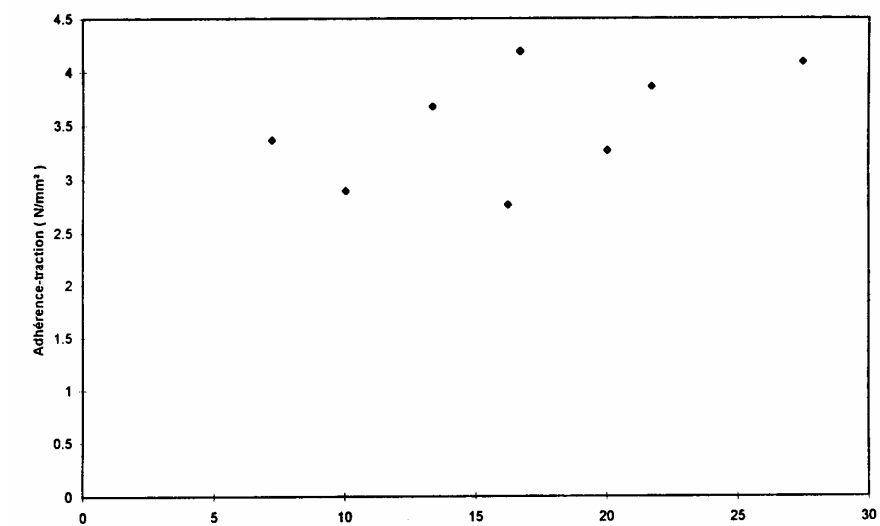
Le type de fluidifiant ou de superplastifiant joue un rôle important dans les capacités d'étalement de la barbotine. L'effet positif lié à l'emploi des adjuvants est manifeste pour la plupart d'entre eux, et c'était bien le but recherché : la barbotine de ciment seule donne lieu en général à des angles de contact plus importants.

Si nous considérons les supports "ciment" et "roche", qui nous intéressent directement dans le cadre de nos applications, ce sont le mélange avec fumées de silice et superplastifiant (VIII), ainsi que ceux réalisés avec les adjuvants à base de mélamine (I et II) qui donnent les meilleurs résultats. Dans ce dernier cas, la présence de 3 dipôles  $\text{NH}_2$  autour du cycle benzénique, qui se manifeste par une composante polaire importante de la tension superficielle, pourrait expliquer une plus forte interaction électrique, par exemple par l'intermédiaire de liaisons par pont d'hydrogène.

Existe-t-il une relation entre l'adhérence et l'angle de contact ? Dans la mesure où cette grandeur n'est que le reflet de l'interaction liquide-solide, le premier abord laisserait pencher pour une réponse négative dans le sens où l'adhérence résulte d'une interaction solide-solide.

Toutefois, si l'angle de contact est trop grand, il est certain que les conditions d'une bonne adhérence ne seront pas remplies, par défaut de contact suffisant.

Mais ceci n'empêchera néanmoins pas d'observer dans certains cas d'excellentes valeurs d'adhérence : l'angle de contact est un signe d'appétence mais pas nécessairement d'adhérence.



**Figure 64 : évolution de l'adhérence-traction en fonction de l'angle de contact - dalles polies sèches**

La mise en relation de l'adhérence-traction en fonction de l'angle de contact, calculé sur le béton, ne permet pas de définir une corrélation statistiquement significative.. D'autre part, l'introduction du coefficient de WENZEL, tel que défini dans le Tableau 40, conduit à une impossibilité mathématique puisque  $\cos \theta_r > 1$ . D'un point de vue physique, cela signifie qu'il n'existe pas d'endroit à la surface du solide où l'on peut retrouver les 3 phases solide/liquide/vapeur, et donc que le liquide s'étale parfaitement à la surface du solide.

### 5.3. Application du critère des énergies de surface

Remarquons d'abord que l'hypothèse d'avoir un solide de "basse énergie", c'est-à-dire où seules entrent en jeu les forces de dispersion et non les forces polaires, semble vérifiée puisque  $\gamma_S^d \gg \gamma_S^p$  pour l'ensemble des supports, et en particulier pour le support hydrofugé qui possède une composante polaire pratiquement nulle.

FIEBRICH a montré [8], à partir de l'équation de YOUNG-DUPRE, que l'énergie interfaciale diminue lorsque la tension superficielle du solide diminue, pour une valeur constante de la tension superficielle du liquide.

Les résultats que nous avons obtenus vont dans le sens inverse puisque, si nous comparons les supports pâtes de ciment et roche, avec le support hydrofugé, nous observons que l'augmentation de l'angle de contact signifie à la fois une augmentation de la tension interfaciale et une diminution de la tension de surface du solide, pour une même valeur de la tension de surface du liquide : ceci est une application complète de la loi de YOUNG. Le critère est donc de dire que, pour un  $\gamma_L$  donné, une augmentation de la différence  $\gamma_S - \gamma_{SL}$  est favorable au mouillage de la surface puisqu'elle provoque une diminution de  $\theta$ . Ce critère est néanmoins peu attractif dans la mesure où  $\gamma_S$  et  $\gamma_{SL}$  restent difficile à établir et mesurer.

### 5.4. Application du critère de l'énergie interfaciale

Minimiser la tension interfaciale conduit, selon le second principe de la thermodynamique, à minimiser les tensions à l'interface et donc à favoriser l'adhésion.

*Tableau 53 : classement de l'énergie interfaciale  $\gamma_{SL}$  par ordre croissant*

Support	Classement							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Pâte de ciment	VIII	VII	III	I	V	II	VI	IV
Pâte de ciment + bleu	VIII	VII	III	I	V	II	VI	IV
Pâte de ciment + hydrofuge	VIII	VII	III	I	V	II	VI	IV
Roche	VIII	VII	III	I	V	II	VI	IV

Notons d'abord que les différences entre supports non hydrofugés sont très faibles. Les matériaux qui présentent les valeurs les plus petites de  $\gamma_{SL}$  sont les barbotines avec fumées de silice et superplastifiant, ainsi que les barbotines non modifiées ou à base de naphthalène et mélamine. La moins bonne valeur observée est relative au copolymère vinylique : ceci n'est pas étonnant dans la mesure où le produit possède une tension superficielle particulièrement faible. Ceci peut paraître surprenant dans la mesure où on place souvent les mortiers modifiés aux liants polymériques – et sans distinction de produit - à un niveau supérieur d'adhérence par rapport aux mortiers non modifiés. C'est évidemment une idée préconçue même si, pour des liants époxy, les propriétés d'adhérence sont souvent exceptionnelles. N'oublions pas également que, dans le cas qui nous occupe, il s'agit d'un adjuvant et non pas d'un mortier et que, par conséquent, les proportions de matière ne sont pas les mêmes.

Les développements du chapitre IV.4. nous ont montré que la stabilité thermodynamique de l'interface passait par une minimisation de l'énergie interfaciale. GUTOWSKI [56] a appliqué cette condition dans le cas d'une interface solide/solide, c'est-à-dire pour laquelle l'adhésif liquide est en fait l'adhésif après polymérisation : il est donc possible dans ce cas de comparer directement les résultats d'adhérence-traction et l'énergie interfaciale du composite.

Nous avons appliqué le même raisonnement à l'interface liquide/solide, notre souci restant toujours de définir les conditions de mise en œuvre (c'est-à-dire l'appétence) permettant d'obtenir un joint résistant. Nous ne sommes par conséquent pas en mesure de calculer une loi liant l'adhérence-traction à la tension interfaciale ni au travail d'adhésion, mais plutôt d'établir une corrélation éventuelle entre les deux.

Les relations que GUTOWSKI [56] a obtenues dans le cadre de l'adhérence résine époxy/verre (voir IV.4.2.) ne sont donc pas reproductibles au cas de l'étude de l'appétence, du moins dans les conditions de mesures qui sont les nôtres et pour les échantillons testés.

### 5.5. Application du critère du travail d'adhésion

Cette notion exprime assez clairement la relation qui existe entre le support en béton et le liquide en contact : un travail d'adhésion positif signifie que l'interface est stable. Un tableau comparatif peut également être établi de la même façon qu'au paragraphe précédent.

*Tableau 54 : classement du travail d'adhésion  $W_A$  par ordre croissant*

Support	Classement							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Pâte de ciment	VIII	IV	VI	I	V	II	III	VII
Pâte de ciment + bleu	IV	VIII	VI	I	V	II	III	VII
Pâte de ciment + hydrofuge	IV	VIII	VI	I	V	II	III	VII
Roche	IV	VIII	VI	I	V	II	III	VII

Le classement est assez remarquable puisque, quel que soit le support, il est toujours pratiquement le même : le travail fourni par la barbotine de ciment non modifiée semble plus important que les autres, et en particulier que la barbotine modifiée aux fumées de silice ou au copolymère vinyle, ce qui est logique vis-à-vis des considérations développées au sujet des énergies interfaciales. Seul le comportement de la barbotine à base de fumées de silice semble particulier et inattendu.

La stabilité de l'interface, estimée par le travail d'adhésion  $W_A$ , n'est pas directement corrélable aux résultats d'adhérence-traction.

Divers auteurs (HUNTSBERGER [34]) critiquent ce critère comme incorrect et inadapté dans la mesure où un travail d'adhésion élevé signifie des tensions superficielles élevées, ce qui est contraire au principe de la mouillabilité des surfaces.

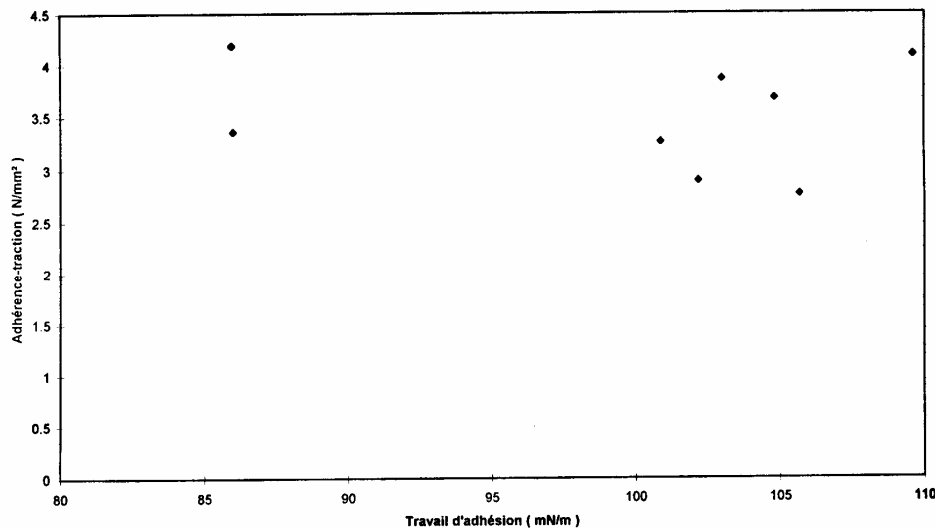


Figure 65 : évolution de l'adhérence-traction en fonction du travail d'adhésion - dalles polies sèches

## 5.6. Le cas du support hydrofuge

L'hydrofugation du support en béton, réalisée au moyen du produit DYNASYLAN BSM 100W<sup>29</sup>, donne des résultats tout à fait différents puisque le but de ce produit est précisément d'éviter ou, à tout le moins, de limiter l'adhésion entre support et matériau d'apport.

Une première manifestation de cette répulsion est la valeur importante de l'angle de contact, non seulement vis-à-vis de l'eau mais aussi d'un certain nombre de liquides de référence; cette valeur élevée se retrouve de façon fort régulière pour l'ensemble des solutions centrifugées de barbotines de ciment.

<sup>29</sup> produit à base de propyltriméthoxysilane, appliqué sur support sec en une seule couche jusqu'à saturation ( $\approx 144 \text{ g/m}^2$ )

Avec un angle de contact moyen à 20 secondes de 120 degrés, l'efficacité du produit d'hydrofugation est indubitable et permettra de protéger le support contre la pénétration de l'eau, ce que nous avons par ailleurs vérifié par des mesures d'absorption capillaire. Avec une tension superficielle  $\gamma_S$  très faible, et dans laquelle la composante polaire est négligeable, le béton hydrofugé constitue un support de faible énergie, ce qui est peu propice au bon contact avec une couche d'apport éventuelle puisque la condition d'étalement ( $\theta = 0$ ), qui exige que  $\gamma_S > \gamma_{SL} + \gamma_L$  est encore moins bien respectée que dans le cas des supports sans hydrofuge.

Faut-il en conclure que les propriétés d'adhérence seront mauvaises ?

D'un point de vue de la stabilité de l'interface liquide/solide – angle de contact et tension interfaciale élevés – nous pouvons certainement répondre par l'affirmative. Toutefois, quelques manipulations et expérimentations nous ont montré un excellent comportement des dalles sablées hydrofugées en adhérence par cisaillement, avec une contrainte moyenne à la rupture de 4,42 N/mm<sup>2</sup> à 28 jours. Cette adhérence particulièrement élevée ne semble pouvoir trouver d'explication que dans les hypothèses suivantes :

- une limitation de la perte en eau de la barbotine : l'hydrofugation empêche la pénétration de l'eau ou de la solution interstitielle de la barbotine dans le support et favorise ainsi une meilleure hydratation de la barbotine. La zone interfaciale sera moins marquée et les défauts de contact par augmentation de la porosité moins fréquents;
- le développement de liaisons complémentaires entre le support et la barbotine durcie. Il s'agit à nouveau d'une relation solide/solide et non pas solide/liquide.

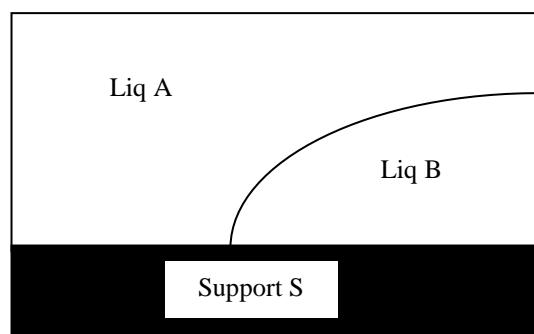
### 5.7. Effet de la saturation du support sur les propriétés thermodynamiques

D'un point de vue strictement théorique, il s'agit d'une simple généralisation des lois de YOUNG et DUPRE, dans le cas d'une interface liquide-liquide et non plus liquide-air. L'angle de contact (Figure 66) traduit, dans ce cas, la compétition entre les deux liquides pour la conquête de la surface solide. Que devient alors la condition d'étalement ? Dans le cas où le système serait en équilibre, et où il n'y a pas d'étalement d'un liquide sur le solide au détriment de l'autre équilibre, l'équilibre des forces s'écrit :

$$\gamma_{SA} = \gamma_{SB} + \gamma_{AB} \cos \theta$$

ou encore :

$$\gamma_{SA} - \gamma_{SB} = \gamma_{AB} \cos \theta$$



**Figure 66 : mouillage d'un solide par deux liquides non miscibles en présence (ici le mouillage est favorable au liquide B)**

Si maintenant on considère les tensions d'adhésion des deux liquides pris séparément au solide étudié ; on a :

$$\gamma_S = \gamma_{SA} + \gamma_A \cos \theta_A$$

et de même :

$$\gamma_S = \gamma_{SB} + \gamma_B \cos \theta_B$$

où  $\gamma_S$ ,  $\gamma_A$ ,  $\gamma_B$ ,  $\theta_A$  et  $\theta_B$  sont respectivement les tensions superficielles du solide, des liquides A et B, et les angles de contact relatifs au mouillage du solide par les liquides A et B.

De ces deux relations, on tire, par différence :

$$\gamma_{SB} - \gamma_{SA} + \gamma_B \cos \theta_B - \gamma_A \cos \theta_A = 0$$

soit, en tenant compte de (Equation 32) :

$$\gamma_B \cos \theta_B - \gamma_A \cos \theta_A - \gamma_{AB} \cos \theta = 0$$

ou encore, en supposant  $0 < \theta < \frac{\pi}{2}$ <sup>30</sup>

$$\gamma_B \cos \theta_B - \gamma_A \cos \theta_A < \gamma_{AB}$$

Pour qu'il y ait équilibre, la différence des tensions d'adhésion de chacun des deux liquides au solide considéré doit être inférieure à leur tension interfaciale. Si cette condition n'est pas satisfaite, c'est-à-dire si :

$$\gamma_B \cos \theta_B - \gamma_A \cos \theta_A > \gamma_{AB}$$

il n'y a pas d'équilibre possible et le liquide B s'étale et chasse de la surface le liquide A ; cela signifie que le liquide qui a la plus forte tension d'adhésion a tendance à chasser l'autre de la surface. Nous avons à comparer ici la tension d'adhésion de l'eau et celle des solutions centrifugées des barbotines de ciment modifiées ou non.

**Tableau 55 : tensions d'adhésion de l'eau et des barbotines centrifugées sur pâte de ciment et roche**

Liquide	Tension superficielle (mN/m)	Cosinus de l'angle de contact		Tension d'adhésion (mN/m)	
		pâte de ciment	roche	pâte de ciment	roche
Eau	71,1	0,537	0,731	38,2	52,0
I	66,3	0,988	0,983	65,5	65,2
II	70,3	0,97	0,974	68,2	68,5
III	67,3	0,965	0,957	64,9	64,4
IV	49,1	0,951	0,961	46,7	47,2
V	67,8	0,878	1	59,5	67,8
VI	66,3	0,935	0,942	62,0	62,5
VII	70,6	0,859	0,901	60,6	63,6
VIII	42,4	0,996	0,990	42,2	42,0

<sup>30</sup> ce qui est le cas dans toutes les applications rencontrées dans ce travail, à l'exception du cas où la surface de béton a été hydrofugée.



Nous ne connaissons pas, et nous n'avons pas la possibilité de déterminer, la tension interfaciale  $\gamma_{AB}$ . Néanmoins, on peut conclure que puisque dans la plupart des cas, la tension d'adhésion des barbotines est supérieure à celle de l'eau, les solutions centrifugées de barbotine vont avoir tendance à chasser l'eau, ce qui ne peut certainement pas manquer de faciliter le contact entre le support et la nouvelle couche d'apport.

Dans le cas de l'application d'une barbotine de ciment sur un support en béton, la présence d'eau à l'interface ne devrait donc pas gêner la mouillabilité du support et la stabilité thermodynamique du système.

### 5.8. Corrélation entre l'adhérence et les paramètres thermodynamiques

A partir des principaux paramètres thermodynamiques significativement discriminants et de quelques paramètres permettant de décrire l'état du support, nous avons tenté de déterminer les corrélations existant entre l'adhérence macroscopique (prise comme variable dépendante) et les résultats de nos considérations thermodynamiques, dans un calcul de régression non linéaire à plusieurs variables.

*Tableau 56 : variables pour le calcul de régression multiple*

Variable dépendante	Variables indépendantes
Adhérence ADHER	Rugosité $R_a$ , taux d'humidité du support HUM, $\gamma_L$ , $\gamma_{SL}/\gamma_L$ , $\gamma_{SL}/\gamma_S$ , $W_A/\gamma_L$

Nous avons donc recherché, comme GUTOWSKI [56] l'a fait dans le cadre de ses analyses sur les contacts verre/résine, une relation qui lie la tension interfaciale à l'adhérence mais nous avons essayé d'intégrer d'autres paramètres qui influencent la qualité du contact – l'appétence – entre support et couche d'apport : la rugosité, définie par le paramètre  $R_a$  et l'état de saturation du support, représenté par le paramètre HUM prenant les valeurs de 0,5 lorsque le support est sec (50 % H.R.) et 1 lorsqu'il est saturé (100 % H.R.). Ce dernier classement est discutable dans la mesure où il signifierait que les supports non saturés sont de moitié moins bons que les supports saturés, ce qui n'a certainement pas été établi clairement dans les résultats d'essais. Rappelons à nouveau qu'il ne s'agit pas d'une loi de comportement mais plutôt d'une corrélation.

La meilleure corrélation obtenue ( $r^2 = 0,587$  !) est basée sur les variables indépendantes  $R_a$ , HUM et  $\gamma_{SL}$  et correspond à une régression linéaire avec point de rupture. Cette corrélation n'est bien entendu pas satisfaisante.

## 6. CONCLUSIONS

La difficulté d'établir une corrélation entre le travail thermodynamique d'adhésion  $W_A$  et l'adhérence mécanique est liée à plusieurs facteurs que nous pouvons résumer comme suit :

- les méthodes d'essais utilisées pour mesurer l'adhérence ne permettent en général pas de faire la distinction entre les contributions des forces d'adhésion et des pertes d'énergie viscoélastique et plastiques dans la barbotine et le support en béton;

- les considérations thermodynamiques relatives à la stabilité de l'interface solide/solide ne peuvent être corrélées avec l'adhérence que si la rupture a bien lieu à l'interface. Nous avons essayé de tenir compte du type de rupture en travaillant avec une adhérence caractéristique ou de calculer l'énergie de rupture mais nous n'avons pas obtenu de meilleures corrélations;
- la méthode d'essai pour mesurer l'angle de contact  $\theta$  est inadéquate. Malgré nos précautions pour travailler sur un support homogène et le moins poreux possible, les valeurs des angles de contact ont été influencées et n'ont pas permis une discrimination efficace des supports et des barbotines.

La dispersion beaucoup trop grande des résultats est liée non seulement à l'imprécision de la lecture mais aussi à l'hétérogénéité de la surface : ces facteurs mis ensemble font qu'il serait préférable d'adopter la méthode de mesure des angles sur poudre;

- la multiplicité des critères, qui ne vont pas toujours dans le même sens :
  - a) le travail d'adhésion, qui illustre le mieux la stabilité thermodynamique de l'interface, est défini par l'équation :

$$W_A = 2 \left( \gamma_S^d \cdot \gamma_L^d \right)^{1/2} + 2 \left( \gamma_L^p \cdot \gamma_S^p \right)^{1/2}$$

Plus les produits présentent des tensions superficielles élevées, meilleur sera le travail d'adhésion sachant que, du point de vue de la mise en contact, il suffit que  $W_A$  soit positif;

- b) la condition d'étalement S impose que :

$$\gamma_S \geq \gamma_L + \gamma_{SL}$$

et donc que la tension interfaciale  $\gamma_{SL}$  et la tension superficielle de l'adhésif (phase liquide) soient les plus faibles possible.

Le critère qui fait toutefois l'unanimité parmi les scientifiques [3] [8] [34] [35] [55] [56] est que l'angle de contact, reflet direct et visible de la mouillabilité de surface, doit être le plus faible possible. Et c'est bien ce que nous observons pour la plupart des barbotines que nous avons analysées : l'angle de contact est très faible et les adhérences mesurées sont élevées. Mais il est difficile de conclure parce que tous les angles de contact sont très faibles.

Emprunter des résultats dans la littérature est quelque peu hasardeux car il n'est pas possible de disposer de l'ensemble des données. Nous avons toutefois, à titre de comparaison, repris des résultats présentés par WIERTZ [15] d'après KINLOCH [34] et qui a calculé le travail d'adhésion à partir des valeurs sur matériaux divers (verre, résine époxy, résine polyméthylméthacrylate).

**Tableau 57 : détermination du travail d'adhésion  $W_A$  et du travail d'adhésion en présence d'eau  $W_{AL}$  [15]**

Interface	$W_A$	$W_{AL}$
Mortier / béton	87,8	sans objet
Résine acrylique / béton	74,1	22,7
Résine acrylique / résine acrylique	80,4	53,66
Résine époxy / béton	79,6	21,80
Résine époxy / époxy	92,4	53,00

Dans tous les cas, les travaux d'adhésion que nous avons mesurés sont plus importants que ceux estimés par WIERTZ, sachant que nous travaillons sur la phase liquide de l'adhésif et que le passage à la phase solide s'accompagne le plus souvent d'une légère augmentation de la tension superficielle.

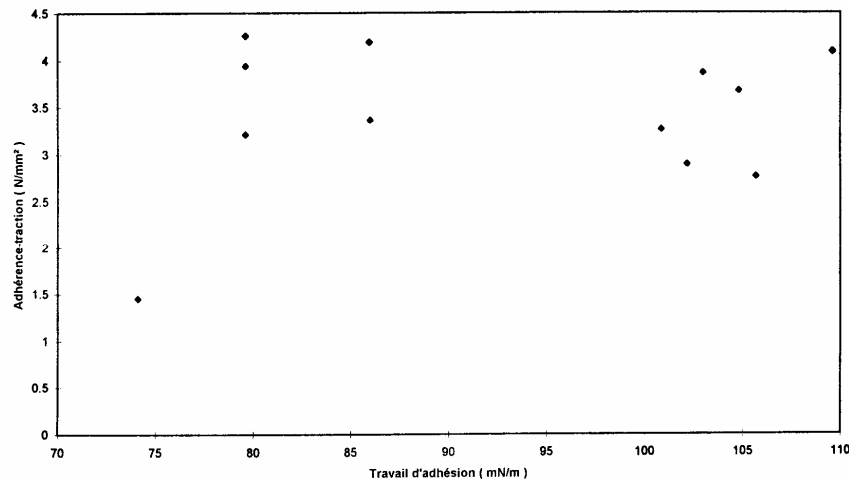
Mais ce qui est plus intéressant à remarquer est que le travail d'adhésion chute fortement dans le cas de la présence d'eau pour les résines acrylique et époxy, alors qu'il ne change pas dans le cas des mortiers hydrauliques, ce qui est bien entendu logique mais fort important à mentionner.

L'adhérence-traction mesurée sur des mortiers époxy (PC) et des mortiers à base de polyméthacrylate-polyvinyl acétate (PCC) appliqués sur des supports polis et sablés donne les résultats comparatifs suivants :

**Tableau 58 : mesure d'adhérence-traction sur mortiers PC et PCC [15]**

	Support poli	Support sablé
Mortier PCC	1,45	3,05
Mortier PC	3,94	3,63
Mortier PC	4,26	4,34
Mortier PC	3,21	3,60

La figure ci-après illustre la relation entre adhérence-traction et travail d'adhésion pour les différentes barbotines et les mortiers PCC et PC décrits ci-avant.



**Figure 67 : relation entre travail d'adhésion et adhérence (barbotines, mortiers PC et PCC)**

Les valeurs que nous avons intégrées ci-avant ne sont probablement pas suffisamment représentatives pour pouvoir tirer des conclusions nettes et définitives. D'autre part, on compare ici des barbotines et des mortiers, ce qui est fondamentalement différent puisque le mortier est hétérogène et induit donc une série de perturbations dans la mesure de la tension superficielle.

Une campagne d'essais comparatifs pourrait avantageusement être réalisée sur ce sujet.

L'angle de contact constitue certainement le paramètre le plus intéressant à mesurer quant à l'information utile que l'on peut en retirer. Mais la recherche de corrélation passe par une mesure plus précise de cet angle de contact et l'emploi de méthodes adaptées aux mesures sur support poreux<sup>31</sup> ainsi que par la prise en compte de l'influence des paramètres externes et internes sur la *maturation* et le *fonctionnement* de l'interface.

---

<sup>31</sup> nous avons à ce sujet, en collaboration avec R. DEGEIMBRE et J. MARIEN, obtenu un subside au F.R.F.C. pour l'achat d'un tensiomètre basé sur le phénomène d'adsorption.

## CHAPITRE IX

### ANALYSE DES PHENOMENES DE TRANSPORT A L'INTERFACE

#### 1. INTRODUCTION

Une approche plus exhaustive aurait voulu que l'on intitule le titre de ce chapitre « *Analyse des mouvements de fluides à l'interface* ».

En effet, si nous nous intéressons d'abord au devenir de l'eau contenue dans la barbotine ou sur le support saturé, il est clair que d'autres fluides peuvent se mouvoir à l'interface. Le plus important d'entre eux est bien entendu l'air : l'air qui peut empêcher le mouvement de l'eau en créant des poches à l'entrée des capillaires ou dans la rugosité du support.

PAREEK [10] a mis en évidence l'effet positif des liants résineux non réactifs à l'interface qui empêchent l'eau de pénétrer dans le support et l'air de remonter dans la couche d'apport, en risquant de créer des pores capillaires nuisibles à la résistance.

Un second mouvement potentiel est le déplacement des ions : des gradients de concentration ionique différente entre la solution interstitielle du béton durci et la pâte fraîche de ciment vont engendrer des mouvements dans les deux sens. La fixation de ces ions sur les parois des capillaires ou le caractère inhibiteur ou activateur de certains d'entre eux sur les réactions d'hydratation vont agir sur la qualité de l'adhésion.

Une distinction s'impose à notre réflexion : si l'absorption capillaire semble être le phénomène caractérisant les mouvements d'eau au niveau d'une interface dont la partie support est sèche, le transport par diffusion exige un support saturé, c'est-à-dire un milieu « homogène », dans lequel les ions peuvent se mouvoir.

Il importera donc de traiter différemment l'application d'une barbotine sur support sec et sur support saturé.

Mais une approche utile des mouvements de fluide à l'interface nécessite aussi une bonne connaissance du milieu dans lequel ces fluides vont avoir à se mouvoir. Les techniques de porosimétrie au mercure ou d'absorption capillaire seront utilisées dans ce chapitre afin de définir le squelette poreux de la couche superficielle du béton, ainsi que les dimensions et longueurs des capillaires accessibles.

#### 2. LOIS DE TRANSPORT DANS LES BETONS

Outre l'adsorption-désorption et la migration-transport d'ions dans les électrolytes sous champ électrique, les mécanismes de transport dans les milieux poreux se classent en 3 catégories principales :

- la diffusion, qui concerne le transfert de molécules ou d'ions dans un fluide interstitiel, de régions à forte concentration vers des régions à faible concentration;
- la perméation, qui concerne le mouvement de liquides ou de gaz soumis à des différences de pression;
- la succion capillaire, relative au transport de liquides dans des solides poreux, à cause de la tension superficielle agissant dans les capillaires.

Dans les expériences qui sont menées pour étudier ces phénomènes, on essaie toujours de se limiter à un seul mécanisme de transport, de façon à pouvoir calculer et déterminer les coefficients caractéristiques. Ceci est bien entendu un leurre : le matériau pénétré, en l'occurrence ici un béton, n'est pas complètement inerte et ne possède pas des pores réguliers, droits, cylindriques,... La structure physique du béton peut s'en trouver altérée, l'adsorption chimique peut se produire, ceci faisant que le mécanisme de transport devient beaucoup plus complexe.

## 2.1. Transport par diffusion

### 2.1.1. BASES THEORIQUES

Ce mécanisme de transport, qui concerne en premier lieu les ions et les molécules libres, est directement proportionnel au gradient de concentration et au coefficient de diffusion, tel que décrit dans la première loi de FICK :

$$F = - D \frac{dc}{dx}$$

où F représente le flux (en g/m<sup>2</sup>.s)  
 D le coefficient de diffusion (m<sup>2</sup>/s)  
 c la concentration (g/m<sup>3</sup>) et  
 x la distance (m)

C'est le coefficient D qui décrit la possibilité qu'a un solide de permettre ce genre de mécanisme de transport; il dépend de la concentration locale c en ions ou molécules libres, ainsi que du temps t et de la température T. La variation temporelle de la concentration par unité de volume est exprimée dans la seconde loi de FICK :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial c}{\partial x} \right)$$

Ce processus de transport peut intéresser notre étude de la cinétique de contact entre la barbotine de ciment et le béton support. En effet, lorsque le béton support est saturé, la succion capillaire ne se produit pas mais un phénomène de diffusion d'ions entre la solution interstitielle de la barbotine de ciment et l'eau interstitielle se trouvant dans les pores du béton est possible. L'analyse de la composition ionique de la barbotine de ciment est intéressante à double titre : elle permet d'évaluer la quantité d'ions mis en solution lorsque le mélange eau/ciment est réalisé, par rapport à la composition moyenne d'une eau de distribution. D'autre part, par comparaison avec la composition de l'eau interstitielle contenue dans le béton, il est possible d'établir les mouvements ioniques se produisant entre le béton et la barbotine.

Si nous analysons à présent l'eau interstitielle se trouvant dans le béton, nous devons faire la distinction entre les « types » d'eau qui ne sont pas tous accessibles. On distingue généralement :

**A. L'eau d'absorption**

Il s'agit de l'humidité retenue mécaniquement dans les vides du béton.

**B. L'eau d'adsorption**

Il s'agit de l'eau fixée superficiellement à la surface des particules.

Les surfaces libres de solides présentent des niveaux d'énergie plus élevés que les particules intérieures, dues à un défaut de forces d'attraction avec les molécules adjacentes.

Cette énergie de surface provoque l'absorption d'humidité atmosphérique. Cette absorption est d'autant plus importante que le degré hygrométrique de l'air et que le développement de surface du matériau sont élevés.

Les particules de ciment hydraté se comportent donc, en contact avec l'humidité atmosphérique, comme un gel et fixent l'humidité par un simple effet de fixation superficielle propre à tous les corps finement divisés.

Pour un clinker, la quantité d'eau ainsi absorbée par les produits hydratés, maintenus à 100 % d'humidité relative, est de 43,3 % du poids des constituants anhydres.

La formule générique du ciment devient, dans ces conditions :



On en déduit que la teneur en eau d'adsorption vaut 20,5 %.

Cette situation est traduite dans les isothermes d'adsorption du béton et du mortier, donnant la teneur en eau adsorbée, en fonction de l'humidité atmosphérique.

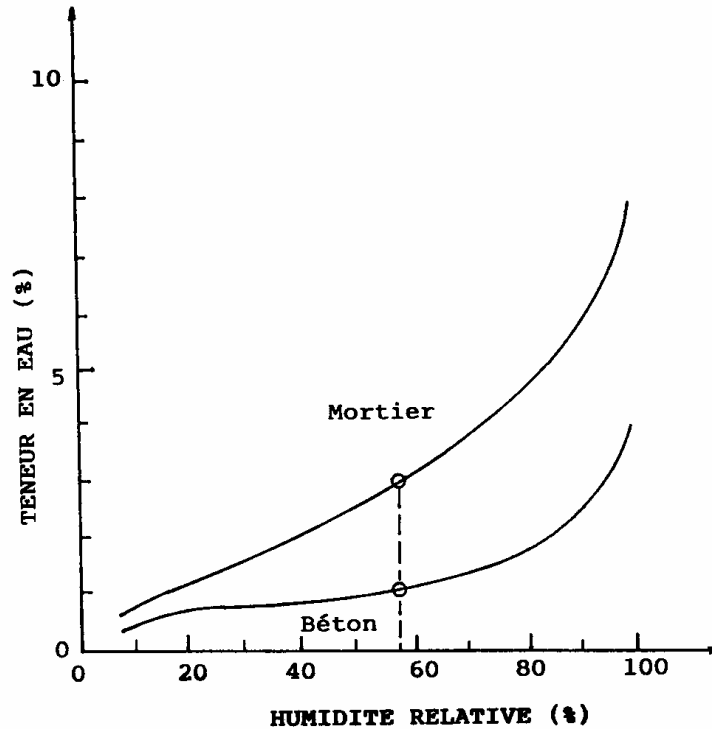


Figure 68 : isothermes d'adsorption d'un mortier et béton de ciment [15]

**C. L'eau d'hydratation (ou de cristallisation)**

Il s'agit de l'eau retenue par des liaisons physiques à l'échelle moléculaire ; elle fait partie de la structure physique ou cristalline du sel.

Les formules chimiques des sels cristallisés avec des molécules d'eau sont données en juxtaposant la formule du sel anhydre et le nombre de molécules d'eau intervenant dans l'édifice cristallin.

Exemple :  $\text{SiO}_2 \cdot \text{CaO} \cdot \text{H}_2\text{O}$  ou  $2\text{SiO}_2 \cdot 3\text{CaO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (tobermorite)

**D. L'eau de constitution**

Il s'agit de l'eau retenue par des liaisons chimiques : elle fait partie de la molécule.

Exemple :  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (portlandite).

L'eau d'hydratation et de constitution est inaccessible aux phénomènes de diffusion. Seules les eaux d'absorption et d'adsorption seront capables de véhiculer ions et molécules libres car insérées dans le réseau poreux ouvert du béton.

Déterminer la quantité d'eau d'absorption et d'adsorption ne constitue pas un problème : l'étuvage à 130°C permet de l'estimer.

Il est par contre moins aisé de récupérer cette eau pour l'analyser.



### 2.1.2. APPROCHE EXPERIMENTALE

Une première solution [94] consiste à écraser l'échantillon de béton sous charge élevée et à récupérer la solution pour analyses.

LONGUET [98] notamment a mis au point un dispositif permettant de traiter environ 300 grammes de pâte hydratée sous des pressions atteignant 3500 bars. Le faible volume recueilli à chaque extraction (de un à dix millilitres) nécessite le recours à des méthodes d'analyses particulières. Pour ce qui nous intéresse plus particulièrement ici, l'analyse élémentaire des Si, Al, Fe,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$  peut être réalisée par spectrophotométrie d'absorption en solution, tandis que l'analyse des Ca, K et Na peut être effectuée par photométrie de flamme. Les résultats ci-après illustrent une analyse réalisée sur un ciment Portland CPA69 [98].

*Tableau 59 : analyse élémentaire de la solution interstitielle d'un ciment CPA69 à E/C = 0,5 (en mg/l)*

Age	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	OH <sup>-</sup>	pH
3 h	11	5	5240	1320	734	9490	-	-
5 h	13	-	7140	1150	910	11570	132	13,1
4 j	13	-	162	214	2260	17540	453	13,7
28 j	-	-	533	77	3710	24280	698	13,7
3 m	93	-	844	70	2850	21400	541	13,25
6 m	52	0	319	0	3420	20800	546	-
1 an	-	0	383	63	3090	19010	502	13,75

- non déterminé

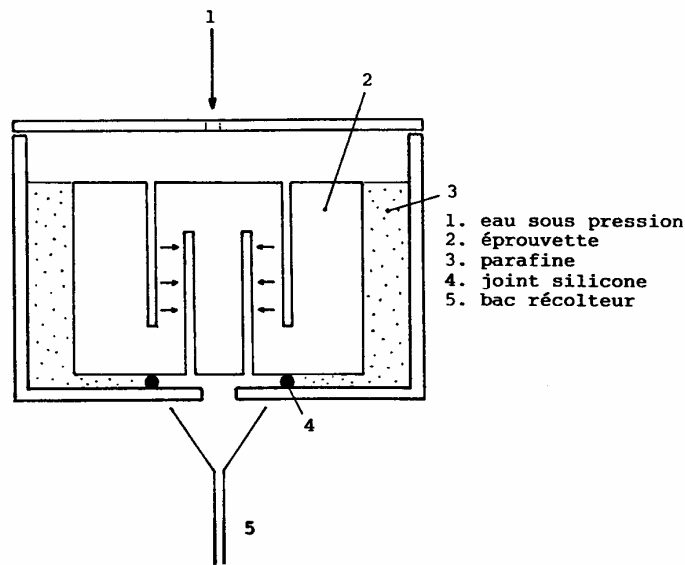
0 limite de détection

Cette étude ne donne malheureusement aucune indication sur l'influence de l'eau utilisée pour réaliser le gâchage. Une autre remarque importante concerne l'effet des alcalins : LONGUET [98] constate en effet que la basicité de la phase aqueuse devient rapidement alcaline et que la quasi-totalité des alcalis présents initialement dans la partie hydratée du ciment sont solubilisés sous forme de bases libres (potasse et soude). Toutefois, un tel dispositif nécessite la mise en œuvre de matériel spécifique, avec des charges devant atteindre, pour une éprouvette de 5 cm de diamètre, plus de 68 tonnes.

Aussi, nous est-il apparu plus aisé de travailler comme CAMPUS [95] qui a réalisé des essais de filtration sur béton, dans le cadre de son étude sur la résistance des bétons à l'eau de mer. Le principe de l'essai est basé sur le passage d'eau sous pression dans le béton ; cette eau lixivie les composants se trouvant dans la porosité ouverte du béton. Les lixiviats récoltés peuvent être analysés et, par différence avec la composition ionique mesurée sur l'eau introduite, on peut déterminer les caractéristiques de l'eau interstitielle.

Nous avons adopté la procédure suivante :

- prélèvement d'échantillons de 80 mm de diamètre extérieur et 45 mm de hauteur;
- réalisation par carottage d'incisions de 50 et 5 mm de diamètre et 30 mm de hauteur;
- mise en place dans le dispositif d'essai et fermeture de la cellule (voir Figure 69);
- mise en pression à hauteur de 1 kg/cm<sup>2</sup>;
- récolte des premiers mm<sup>3</sup>, correspondant à la porosité ouverte moyenne du matériau, déterminée au chapitre V.2.2.2.1.



**Figure 69 : dispositif d'essai adopté pour l'analyse de l'eau interstitielle  
de la dalle de béton support**

Le béton analysé dans notre cas est un béton vieux de plus de deux ans.

Après application d'une pression de 5 bars pendant 4 jours, nous avons récolté 5 ml de solution, qui ont été analysés par absorption atomique et ont donné les résultats suivants :

**Tableau 60 : analyse de la solution d'extraction du béton support**

Ions	Composition ionique (mg/l)
Na	1875
K	3000
Ca	2050
Mg	8
pH	7,7

Les résultats de cette extraction sont à comparer à ceux obtenus sur l'eau de distribution et sur la solution centrifugée de barbotine de ciment (CEM I 42,5 – E/C = 0,4) et d'une barbotine correspondant à celle qui a été utilisée pour la fabrication du liant des dalles (CEM II B-M 32,5 – E/C = 0,5).

**Tableau 61 : composition ionique de la solution centrifugée de la barbotine de ciment, du liant des dalles et de l'eau de distribution en région liégeoise (en mg/l)**

Ions	Barbotine de ciment	Liant des dalles	Eau de distribution	
			Hesbaye	Eupen
OH <sup>-</sup>	4720	830	-	-
Cl <sup>-</sup>	1390	317	55,64	13,7
Ca	1210	1100	145,73	33,1
Mg	< 0,05	19,4	14,24	1,1
Na	1500	220	16,49	6,2
K	7360	1108	2,98	0,5
pH	13,1	12,7	7,35	8,4

### 2.1.3. INTERPRETATION DES RESULTATS

L'analyse des résultats donne lieu aux observations suivantes :

- la concentration en ions Ca<sup>2+</sup> est plus importante dans le béton que dans la barbotine, ce qui peut paraître surprenant a priori car le ciment utilisé dans la barbotine (CEM I 42,5) est un ciment qui devrait dégager une quantité importante de Ca(OH)<sub>2</sub>, tandis que celui servant de liant dans le béton (CEM II B 32,5) est à base de pouzzolane, sensée fixée la chaux au cours de sa production. C'est en effet le phénomène que nous observons sur le "liant dalle". N'oublions pas toutefois que la centrifugation a lieu 3 minutes après la mise en contact de l'eau et du ciment, et que par conséquent la quantité de chaux dégagée est limitée; le dégagement de Ca(OH)<sub>2</sub> commence en effet après 30 minutes environ [100].  
La concentration en Ca de l'eau de distribution ne peut à elle seule expliquer la différence entre barbotine et béton;
- la concentration en alcalins (Na et K) nous réserve quelques surprises : si la teneur en sodium est sensiblement la même, la concentration en potassium est nettement (2,5 fois) plus élevée dans la barbotine que dans le béton. Il faut voir dans ces concentrations importantes une solubilité très élevée des K<sub>2</sub>O et Na<sub>2</sub>O, et en tout cas plus élevée que celle des Ca(OH)<sub>2</sub>. La teneur très importante du potassium K peut éventuellement provenir d'un ciment particulièrement riche en alcalin puisque ce n'est certainement pas l'eau de distribution qui peut en être la cause. Toutefois, le contrôle qualité réalisé en cimenterie réduit les teneurs autorisées dans un ciment CEM I 42,5 R à 0,3 % pour le Na<sub>2</sub>O et 0,75 % pour le K<sub>2</sub>O. C'est donc essentiellement l'extrême solubilité des composés de potassium qui explique ces concentrations élevées;
- la valeur très faible du pH dans le cas de la solution d'extraction peut provenir de la recarbonatation des KOH et NaOH qui se trouvent dans cette solution entre le moment de l'extraction et le moment de l'analyse;
- la teneur en Mg est légèrement plus élevée dans la solution d'extraction et franchement plus importante dans le "liant dalle", probablement à cause de la présence de laitier de haut fourneau dans la composition du ciment.

L'examen des diverses compositions des eaux des bétons, mortiers et barbotines montre que l'on se trouve en présence d'un système complexe, où la présence d'un ion peut changer les équilibres chimiques et la cinétique de la diffusion.

## 2.2. Transport par perméation

La perméation, qui décrit le transport de fluides sous une différence de pression, concerne aussi bien les gaz que les liquides. Dans notre cas, seule cette dernière catégorie nous intéresse et sera analysée ici.

Le mouvement d'un liquide à travers les capillaires d'un corps poreux est généralement décrit par la loi de DARCY et le coefficient de perméabilité est donné par :

$$K_w = \frac{V}{t} \cdot \frac{\ell}{A} \cdot \frac{I}{\Delta h}$$

dans laquelle  $K_w$  est le coefficient de perméabilité à l'eau (m/s)  
 $V$  est le volume de liquide (m<sup>3</sup>)  
 $t$  le temps (s)  
 $\ell$  l'épaisseur de la section de pénétration (m)  
 $A$  l'aire de la section de pénétration (m<sup>2</sup>)  
 $\Delta h$  la hauteur de la colonne d'eau (m)

Ce phénomène suppose donc qu'il y ait différence de pression entre la surface du béton support et l'intérieur de celui-ci. On peut aisément supposer que la pression régnant à l'intérieur du béton dans le cas d'un support sec est la pression atmosphérique - encore qu'il faille tenir compte du taux d'humidité ambiant - et par conséquent, au moment de l'application de la barbotine de ciment sur le béton, la surpression correspond à l'épaisseur de la couche de barbotine.

Ceci correspond, pour une épaisseur de 2 à 3 mm, à une pression de  $\pm 20$  à 30 Pa, ce qui est évidemment très faible.

Nous pourrions également envisager une autre pression extérieure, liée à la force exercée par l'applicateur au moment de la mise en place du produit sur le support. Si celle-ci peut être importante, notamment dans le cas d'application de mortier, elle demeure néanmoins limitée en intensité dans le cas des barbotines puisque celles-ci sont appliquées à la brosse; on ne dépasse probablement pas quelques dizaines de Pascals.

Il faut de suite noter que la plupart de ces réparations concernent des parements verticaux et donc que la pression réellement exercée est encore réduite.

L'intrusion d'eau dans les capillaires va provoquer une mise en pression de l'air se trouvant piégé - car on peut estimer en bonne approximation que l'air ne peut pas s'évacuer par les faces aval ou latérales du béton support. Cette surpression peut être évaluée à partir de la loi des gaz parfaits :

$$p \cdot V = n R T$$

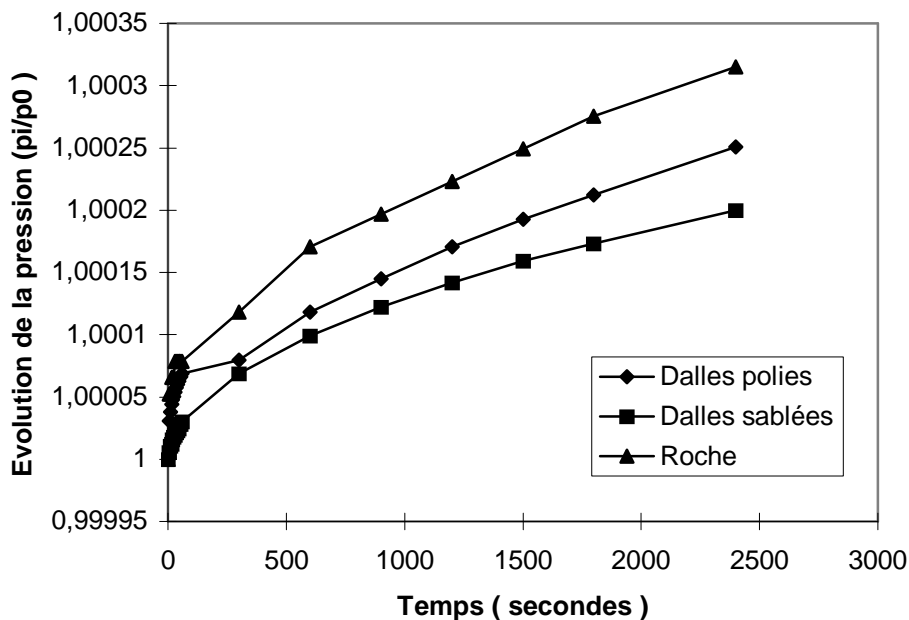
et de la loi de BOYLE qui exprime que le volume d'un gaz est inversement proportionnel à sa pression à température constante, c'est-à-dire :

$$p_1 V_1 = p_2 V_2 = p_3 V_3 = \dots = p_n V_n$$

Connaissant le volume poreux disponible – évalué notamment par porosimétrie au mercure ou absorption d'eau sous vide (voir Tableau 62 ci-après) – et l'absorption capillaire comme variable temporelle (Figure 34 et Figure 35), nous pouvons en déduire l'évolution de la pression à l'intérieur des capillaires à partir de la relation :

$$\frac{p_i}{p_0} = \frac{V_i}{V_0}$$

dans laquelle  $p_i$  est la pression au temps  $t_i$   
 $p_0$  est la pression initiale dans les capillaires  
 $V_i$  est le volume d'air restant au temps  $t_i$   
 $V_0$  est le volume poreux initial.



**Figure 70 : évolution de la pression relative dans le volume poreux des dalles sablées et polies, ainsi que de la roche, en fonction de la remontée capillaire**

Si, au départ, on suppose une pression initiale correspondant à 1 atm (= 1013 mbars = 1013 hPa), on peut déterminer l'évolution de la pression  $p_i$  au cours du temps. A titre d'exemple, à partir de la courbe de remontée capillaire des dalles polies, estimée à partir de la relation<sup>32</sup> :

$$y = 1,0001 + 8.10^{-8} x \quad (r^2 = 0,984)$$

nous avons déterminé la valeur de la pression développée par l'air depuis 300 secondes jusqu'à un temps correspondant au début de prise de la barbotine de ciment, à savoir

environ 5 heures et nous obtenons une valeur de  $\frac{P_{5\text{ heures}}}{p_0}$  de 1,015, ce qui correspond à une pression de 1049 hPa, soit une différence de 36 hPa.

Rappelons que cette pression est une valeur maximale, dans la mesure où l'air, dans les conditions réelles du site, peut s'échapper, via les capillaires interconnectés, vers des capillaires plus profonds ou les faces arrières et latérales de l'ouvrage réparé.

<sup>32</sup> cette estimation est basée sur la régression obtenue à partir d'un temps correspondant à 300 secondes.

### 2.3. Transport par succion capillaire

Il semble donc que ce soit ce mode de transport qui soit à la base de la cinétique d'échange entre le support et la barbotine. Ce phénomène, lié à la tension superficielle du liquide et du solide, est représenté par la loi de LAPLACE qui, combinée à la loi de POISEUILLE exprimant le déplacement d'un fluide dans un tube de rayon  $r$  sous l'influence d'une pression capillaire, définit la loi de WASHBURN (voir chapitre IV.3.1.3.) :

$$l_p^2 = \frac{r_0 \cdot \gamma_L \cdot \cos \theta}{2 \eta} \cdot t$$

La succion capillaire est, pour notre étude, un phénomène fondamental à plus d'un titre car il pourrait permettre de répondre à un certain nombre de questions dont notamment celle de savoir quelles sont les quantités d'eau (ou plus généralement de fluide) qui sont soustraites à l'hydratation du ciment lors de l'application de la barbotine sur le support en béton ?

Ceci va dépendre des capillaires (nombre, dimensions, forme,...), de la viscosité de la barbotine ainsi que des paramètres thermodynamiques définissant les tensions superficielles et interfaciales.

Avant d'aborder ces problèmes, il reste un point à éclaircir, qui est celui de savoir comment se présente la couche superficielle du béton, du point de vue du squelette solide et par-là même, de pouvoir estimer le volume disponible pour la pénétration éventuelle de la barbotine.

## 3. APPRECIATION DU VOLUME DISPONIBLE DANS LA COUCHE SUPERFICIELLE DU SUPPORT EN BETON

Plusieurs manipulations vont nous permettre de réaliser cette estimation :

- la mesure de porosimétrie au mercure, qui rend compte non seulement du volume poreux disponible, mais aussi du rayon des capillaires;
- l'absorption d'eau, à pression atmosphérique et sous vide, qui opère à pression (ou plus exactement dépression) beaucoup moindre.

L'estimation du volume poreux est présentée au Tableau 62. Connaissant le poids de chaque échantillon testé, il est possible d'en déduire le volume de vides disponible dans chaque échantillon<sup>33</sup> :

volume de vides = masse de l'échantillon . volume poreux

Ce volume de vides est partagé en un certain nombre de capillaires dont la répartition granulométrique est calculée à partir de l'essai de porosimétrie au mercure puisque, à une pression, correspond un diamètre déterminé. Nous avons calculé le pourcentage en volume occupé par une série de catégories de diamètres, classés sous forme de calibres.

<sup>33</sup> Nous nous sommes servis des valeurs moyennes obtenues à partir des essais réalisés sur 3 échantillons de dalle sablée, 1 échantillon de dalle polie et 1 échantillon de roche, sachant que l'analyse statistique a montré qu'il n'existait pas de différence significative entre dalles sablées et polies.

**Tableau 62 : estimation du volume des vides dans le béton support à partir des mesures de porosimétrie au mercure**

<b>Echantillon</b>	<b>Volume apparent (mm<sup>3</sup>)</b>	<b>Masse (g)</b>	<b>Volume de vides (mm<sup>3</sup>)</b>
Dalles polies : volume poreux = 0,0462 cm <sup>3</sup> /g			
NP5.1	78255	173,73	8030,49
NP5.2	83942	186,35	8614,09
NP5.3	83904	186,27	8610,19
NP5.4	85500	189,81	8773,97
NP5.5	83398	185,14	8558,26
NP5.6	81733	181,45	8387,40
NP5.7	80408	178,51	8251,43
NP5.8	77832	172,79	7987,08
NP5.9	67725	150,35	6949,91
NP5.10	79994	177,59	8208,94
NP5.11	79488	176,46	8157,02
NP5.12	81216	180,30	8334,35
NP5.13	82944	184,14	8511,67
NP5.14	76032	168,79	7802,37
NP5.15	76140	169,03	7813,45
NP5.16	76140	169,03	7813,45
NP5.17	74448	165,27	7639,82
NP5.18	79524	176,54	8160,71
Dalles sablées : volume poreux = 0,0458 cm <sup>3</sup> /g			
S1	63882	141,82	5757,81
S2	62361	138,44	5620,72
S3	62244	138,18	5610,18
S4	62361	138,44	5620,72
S5	62400	138,53	5624,24
S6	62400	138,53	5624,24
Roche : volume poreux = 0,0058 cm <sup>3</sup> /g			
R1	59660	132,45	763,81
R2	55110	122,34	705,56
R3	61810	137,22	791,34

La connaissance du volume et du diamètre correspondant vont nous permettre de calculer la hauteur de remontée capillaire dans chacun des échantillons testés et de comparer cette valeur à l'absorption capillaire à l'eau et aux solutions interstitielles. Nous ne pouvons bien entendu exprimer ici qu'une longueur totale puisque nous ne connaissons pas le nombre de capillaires correspondant à un diamètre déterminé. Les observations au microscope nous ont bien donné une idée de la capillarité du béton mais aucune valeur précise et sûre n'a pu être déterminée.

Néanmoins, si on fait l'hypothèse que ces pores ont une longueur maximale de 50 mm<sup>34</sup>, ce qui correspond à l'épaisseur de l'échantillon testé, nous pouvons en déduire une longueur moyenne des capillaires par diamètre (moyenne obtenue sur la longueur totale, inférieure ou égale à 50 mm).

$$L_{Ti} = \frac{V_i}{\Omega_i}$$

dans laquelle  $L_{Ti}$  représente la longueur totale des capillaires de rayon  $i$   
 $V_i$  représente le volume total occupé par les capillaires de rayon  $i$   
 ( $V_i$  = pourcentage occupé par les capillaires de rayon  $i$  .  
 volume des vides)  
 $\Omega_i$  représente la section des capillaires de rayon  $i$

$$\Omega_i = \frac{\pi d_i^2}{4}$$

De la même façon, on pourrait en déduire le nombre de capillaires de rayon  $i$  :

$$n_i = \frac{L_{Ti}}{L_{max}}$$

dans laquelle  $L_{max}$  représente la hauteur maximum de l'échantillon (= longueur maximale potentielle de remontée capillaire).

La surface maximale de contact que peuvent offrir les mêmes capillaires de rayon  $i$  vaut :

$$S_i = L_{Ti} \cdot \pi \frac{d_i}{2}$$

**Tableau 63 : représentation modélisée du squelette poreux du béton et de la roche calcaire**  
 [ $S$  = surface des capillaires ( $mm^2$ ) et  $V$  = volume des capillaires ( $mm^3$ )]

Diamètre des capillaires ( $\mu m$ )	Dalles sablées		Dalles polies		Roche	
	$S_i$	$V_i$	$S_i$	$V_i$	$S_i$	$V_i$
6 – 10	60,93	217,863	45,27	165,949	27,51	110,072
1 – 5	1970,42	1312,907	3176,34	2016,423	96,87	100,898
0,6 – 0,9	1015,45	405,870	1400,84	564,631	11,91	4,547
0,1 – 0,5	23778,99	1989,411	33891,79	2697,931	2183,81	145,131
0,06 – 0,09	15764,23	667,388	33091,63	1171,412	1743,39	62,841
0,01 – 0,05	104014,85	1060,386	119837,11	1473,784	52507,09	338,784
< 0,01	850,37	3,621	12607,31	49569	0	0
<b>TOTAL :</b>		<b>5653</b>		<b>8145</b>		<b>762</b>

<sup>34</sup> cette hypothèse ne tient évidemment pas compte de la tortuosité des capillaires.



Ces résultats appellent néanmoins quelques remarques :

- la mesure de la porosimétrie au mercure est réalisée, pour des raisons technologiques, sur des échantillons de petites dimensions (en général 3 ou 4 morceaux de 3 x 3 x 3 mm). Ces échantillons ont été prélevés sur les 5 premiers millimètres à partir de la surface. Or, nous avons généralisé les résultats obtenus sur un cube de  $\pm 50 \times 50 \times 50$  mm, dans la mesure où les absorptions capillaires sont réalisées sur des échantillons possédant ces dimensions. Cette généralisation n'est certainement pas entièrement correcte dans la mesure où la porosité – volume, dimension des capillaires – évolue avec la profondeur; néanmoins, cette façon de travailler nous permet des comparaisons intéressantes;
- la porosité, estimée par porosimétrie au mercure, est une porosité d'ensemble. Cela signifie que, sur un échantillon de 3 x 3 x 3 mm, le mercure a la possibilité d'entrer par les 6 faces du cube.

Nous pensons qu'il aurait été intéressant de pouvoir comparer les résultats d'absorption capillaire à ceux de la porosimétrie au mercure effectuée à partir de la pénétration du mercure uniquement par la surface en contact avec la barbotine mais selon PIRARD [74], cela n'aurait pas conduit à des résultats différents.

Connaissant la répartition entre pâte de ciment et granulat à l'interface, on pourrait en déduire la quantité et le diamètre des capillaires directement liés à la pâte de ciment ainsi qu'à la zone de transition entre les granulats et la pâte de ciment. Car finalement, la porosimétrie au mercure réalisée soi-disant sur le béton ne concerne que le mortier, vu la dimension des échantillons testés; quand nous parlons du volume disponible dans le squelette poreux de la dalle sablée ou polie, il convient mieux de parler de volume disponible dans le mortier de la dalle sablée ou de la dalle polie. Nous reviendrons plus loin sur cette observation fondamentale.

#### **4. APPROCHES THEORIQUE ET EXPERIMENTALE DE LA REMONTEE CAPILLAIRE**

##### **4.1. Préparation des échantillons**

La préparation des échantillons est en relation directe avec une question fondamentale : quels matériaux, et sous quelle forme, peuvent pénétrer dans le support en béton ? Nous savons en effet que nous sommes limités par la dimension minimale des grains de ciment, qui est de l'ordre de  $0,9 \mu\text{m}$ , la majorité de ceux-ci étant plus grands que  $10 \mu\text{m}$  (voir Figure 36 au chapitre V.3.1.).

Les observations au microscope ont laissé entrevoir que seule la phase interstitielle de la barbotine de ciment était capable de pénétrer dans les capillaires du béton. Cette phase liquide a été extraite suivant la procédure décrite ci-après :

- mélange des différents constituants ( $\pm 2$  kg de mortier frais) pendant 3 minutes et répartition en 4 parts égales dans les tubes d'une centrifugeuse SORVAL;
- centrifugation pendant 20 minutes à une vitesse de 6000 tours/minute;
- récolte des liquides centrifugés ( $\pm 100$  ml) dans des récipients fermés après filtrage au papier WATHMAN n° 41 (rétention de particules 20 – 25  $\mu\text{m}$ ).

Nous avons vérifié une propriété importante de la barbotine à savoir sa viscosité : il s'agit, comme nous l'avons déjà vu, d'un facteur primordial dans la pénétration de la phase liquide dans le support.

**Tableau 64 : viscosité dynamique des solutions centrifugées de barbotines de ciment modifiées ou non (mesures à 25°C – système HAAKE VT500 – NV)**

Adjuvant	Viscosité dynamique $\eta$ (mPa.s)
I	1,412
II	1,463
III	1,587
IV	1,464
V	1,366
VI	1,389
VII	1,518
VIII	1,487

La viscosité de l'eau étant théoriquement égale à 1 mPa.s, nous pouvons donc considérer que les solutions centrifugées, qui présentent des valeurs fort proches l'une de l'autre, sont caractérisées par une viscosité quasi identique à celle de l'eau.

La viscosité est donc un facteur qui n'apparaît pas comme fondamental dans le comportement des barbotines centrifugées.

#### **4.2. Mesure de l'absorption par capillarité des barbotines centrifugées**

L'essai, tel que décrit au chapitre V.2.2.2.3., a été réalisé sur des échantillons provenant de dalles polies; l'absorption capillaire en fonction du temps a été mesurée dans un premier temps avec de l'eau distillée et dans un second temps, après séchage des échantillons en étuve à 105°C jusqu'à poids constant, avec les solutions de barbotine centrifugée.

Les résultats sont repris au Tableau 65. Une analyse statistique de comparaison des courbes par régression linéaire a été réalisée afin de déterminer, pour chaque dalle, l'effet significatif éventuel de la barbotine.

Les adjuvants I, II, IV et V semblent provoquer des différences de comportement significatives des échantillons testés. La solution obtenue par centrifugation de la barbotine de ciment sans adjuvant, de même que les solutions III, VI et VIII, n'induisent pas de comportement différent de l'échantillon par rapport à l'absorption capillaire de l'eau.

**Tableau 65 : absorption d'eau et de barbotine centrifugée (indice c) sur dalles polies – variation de poids en gramme**

Temps	Eau	I (F40)	Eau	II (M40)	Eau	III (N40)	Eau	IV (F10/30)	Eau	V (SH30)	Eau	VI (P45)	Eau	VII (Ciment)	Eau	VIII (Fun de sil
(s)	NP.5,1	NP.5,1c	NP.5,2	NP.5,2c	NP.5,3	NP.5,3c	NP.5,4	NP.5,4c	NP.5,5	NP.5,5c	NP.5,6	NP.5,6c	NP.5,7	NP.5,7c	NP.5,8	NP.5,8c
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	0,09	0,28	0,11	0,22	0,14	0,18	0,24	0,31	0,07	0,39	0,3	0,3	0,42	0,44	0,42	0,2
10	0,12	0,4	0,16	0,32	0,2	0,22	0,33	0,36	0,12	0,47	0,35	0,4	0,54	0,54	0,51	0,3
15	0,13	0,47	0,18	0,38	0,23	0,24	0,44	0,4	0,15	0,53	0,4	0,45	0,6	0,6	0,56	0,4
20	0,14	0,51	0,2	0,42	0,26	0,26	0,5	0,43	0,18	0,58	0,45	0,48	0,64	0,64	0,6	0,4
25	0,15	0,55	0,2	0,46	0,28	0,28	0,54	0,44	0,21	0,61	0,49	0,51	0,69	0,67	0,63	0,3
30	0,16	0,57	0,22	0,49	0,3	0,29	0,58	0,47	0,23	0,64	0,51	0,53	0,72	0,69	0,65	0,5
35	0,17	0,6	0,24	0,52	0,31	0,31	0,66	0,48	0,25	0,67	0,54	0,55	0,76	0,7	0,67	0,5
40	0,17	0,62	0,25	0,54	0,33	0,32	0,71	0,48	0,27	0,69	0,57	0,56	0,79	0,75	0,7	0,5
45	0,18	0,64	0,25	0,56	0,35	0,34	0,74	0,49	0,28	0,71	0,59	0,58	0,81	0,76	0,72	0,5
50	0,19	0,66	0,27	0,59	0,36	0,36	0,76	0,51	0,3	0,74	0,62	0,59	0,85	0,77	0,73	0,5
55	0,2	0,68	0,28	0,6	0,37	0,38	0,78	0,52	0,32	0,77	0,64	0,6	0,87	0,78	0,74	0,6
60	0,2	0,69	0,29	0,63	0,38	0,38	0,81	0,52	0,33	0,77	0,67	0,61	0,88	0,79	0,76	0,6
300	0,49	1,15	0,6	1,2	0,73	0,78	1,77	0,74	0,79	1,42	1,41	1	1,66	1,21	1,32	1,0
600	0,77	1,64	0,88	1,75	1	1,15	2,57	0,93	1,13	1,88	2,05	1,4	2,25	1,61	1,85	1,5
900	0,99	2,02	1,09	2,19	1,22	1,49	3,17	1,11	1,41	2,31	2,55	1,76	2,74	1,96	2,36	1,9
1200	1,19	2,35	1,29	2,58	1,41	1,79	3,68	1,26	1,65	2,7	2,98	2,09	3,19	2,27	2,76	2,2
1500	1,36	2,68	1,46	2,95	1,57	2,05	4,09	1,37	1,87	3,06	3,36	2,39	3,58	2,55	3,14	2,5
1800	1,53	2,95	1,61	3,24	1,72	2,3	4,45	1,53					3,94			

L'analyse statistique montre également qu'il existe une différence significative de comportement des dalles polies entre elles; la comparaison des courbes de remontée capillaire de l'eau montre en effet une plus grande différence que la comparaison de celles de l'eau et des solutions centrifugées de barbotine.

Il apparaît donc clairement que, à moins que l'essai d'absorption d'eau réalisé avant l'essai sur barbotine n'ait provoqué une modification du tapissage chimique interne des capillaires ou un remplissage irréversible de ceux-ci, c'est plutôt la structure poreuse du support que les caractéristiques thermodynamiques de la barbotine – puisque la viscosité reste sensiblement la même pour toutes les solutions centrifugées – qui joue un rôle fondamental. L'hypothèse d'une modification chimique des parois des pores est peu vraisemblable dans la mesure où nous avons utilisé de l'eau distillée, tandis que les éprouvettes ont été séchées à poids constant entre les essais.

Nous avons constaté, d'autre part, que la vitesse de remontée capillaire peut être plus grande tantôt pour l'eau, tantôt pour la solution centrifugée. Puisque la viscosité ne joue pas dans notre cas, nous avons mis en relation la vitesse de remontée capillaire avec le produit  $\gamma_L \cdot \cos \theta$ ; nous avons calculé pour chaque éprouvette la vitesse d'imprégnation entre 0 et 60 secondes (voir chapitre V.2.2.2.3.) en fonction de la racine du temps, de façon à mettre en évidence une éventuelle corrélation :

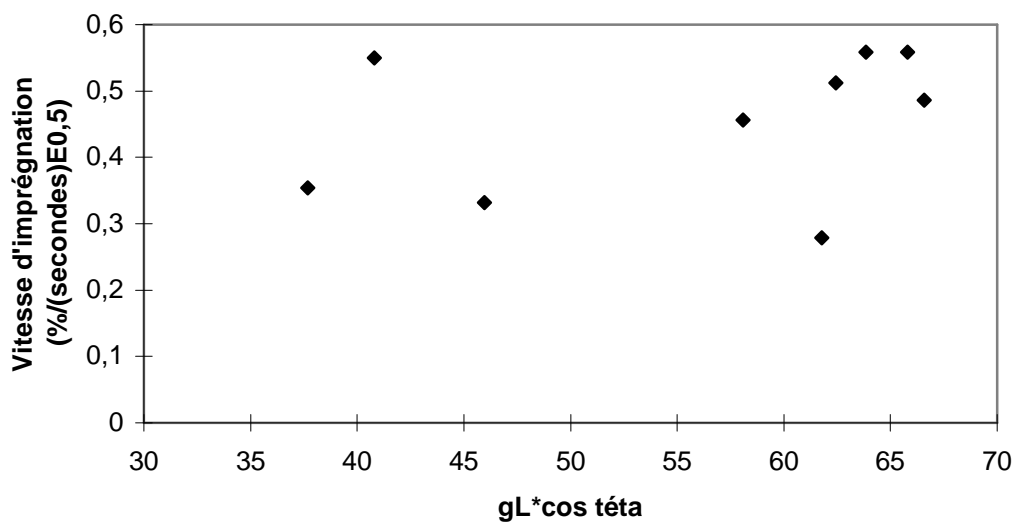
$$v = \frac{\Delta m_i}{m_0} \cdot \sqrt{t_i}$$

dans laquelle  $v$  est la vitesse d'imprégnation  
 $\Delta m_i$  est la variation de masse en  $t_i$   
 $m_0$  est la masse initiale de l'échantillon  
 $t_i$  est le temps.

**Tableau 66 : vitesse d'imprégnation de l'eau et des barbotines centrifugées sur dalles polies**

<b>Eprouvette</b>	<b>Vitesse du taux d'imprégnation (%/√t)</b>
NP5.1	0,1572
NP5.1C <sup>35</sup>	0,559
NP5.2	0,2172
NP5.2C	0,4861
NP5.3	0,2627
NP5.3C	0,2792
NP5.4	0,6157
NP5.4C	0,3318
NP5.5	0,2537
NP5.5C	0,5119
NP5.6	0,5094
NP5.6C	0,4566
NP5.7	0,6391
NP5.7C	0,5584
NP5.8	0,5501
NP5.8C	0,4886

La mise en relation des vitesses d'imprégnation avec les propriétés thermodynamiques des différentes barbotines centrifugées permet d'obtenir le graphique suivant :



**Figure 71 : analyse de la corrélation entre la vitesse d'imprégnation et les propriétés thermodynamiques des barbotines centrifugées**

<sup>35</sup> les éprouvettes marquées C sont relatives aux essais sur barbotines centrifugées.

Si augmenter le produit  $\gamma_L \cdot \cos \theta$ , c'est-à-dire augmenter la tension superficielle du liquide ou diminuer l'angle de contact, semble provoquer une augmentation de la vitesse d'imprégnation – ce qui est logique et permet d'expliquer les comportements différents des barbotines – cela ne justifie en rien les différences observées sur les remontées capillaires de l'eau.

Cet autre facteur dont il faut tenir compte est le squelette poreux du support, et en particulier le rayon moyen qui sert de base au calcul suivant WASHBURN.

### 4.3. Calcul théorique des remontées capillaires dans le béton

La connaissance du squelette poreux du mortier et de la roche vont nous permettre de déterminer à tout instant la valeur de la remontée capillaire  $\ell_p$  dans le béton et d'en déduire le volume d'eau ou de barbotine théoriquement absorbable. Le calcul a été réalisé en tenant compte ou non des zones de transition autour des granulats.

#### 4.3.1. CALCUL THEORIQUE DE REMONTEE CAPILLAIRE SUR BASE DU RAYON MOYEN

L'essai de porosimétrie au mercure nous a permis de définir un rayon moyen des pores, obtenu à partir de la moyenne des rayons des capillaires investigués, pondérée par le pourcentage volumétrique de chacun d'eux.

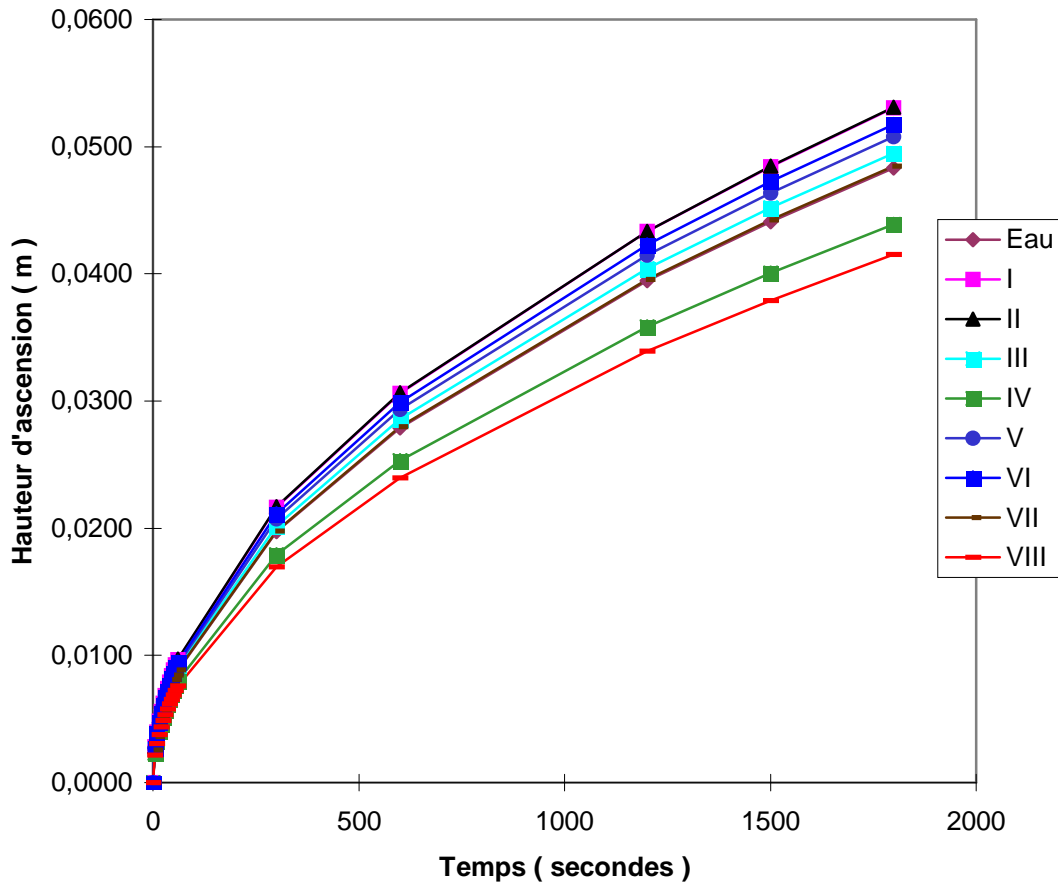
L'estimation de la remontée capillaire est basée sur l'équation de WASHBURN appliquée pour différents intervalles de temps  $t_i$  :

$$\ell_{pi} = \sqrt{\frac{r_p \cdot \gamma_L \cdot \cos \theta}{4 \eta}} \cdot t_i$$

L'équation a été résolue :

- pour les 8 solutions centrifugées de barbotines ( $\gamma_L$ ,  $\theta$ ,  $\eta$ );
- pour l'eau ( $\gamma_L$ ,  $\theta$ ,  $\eta$ );
- pour le mortier ( $r_p = 136$  nm) et la roche ( $r_p = 12$  nm).

La figure suivante illustre le cas du mortier.



*Figure 72 : courbe théorique de remontée capillaire dans le mortier, estimée à partir du rayon moyen des por*

L'utilisation directe de ce genre d'information est la réalisation d'abaques qui permettent, pour un matériau donné, d'estimer la hauteur de remontée capillaire en fonction du rayon moyen, pour un temps défini. Inversement, elles devraient également donner la possibilité d'estimer, en fonction de la hauteur de remontée capillaire observée, la valeur du rayon moyen, sans devoir passer par les techniques de porosimétrie au mercure. Nous avons réalisé l'exercice et établi, pour le mortier et la roche étudiées dans le cadre de ce travail, les abaques décrites ci-avant.

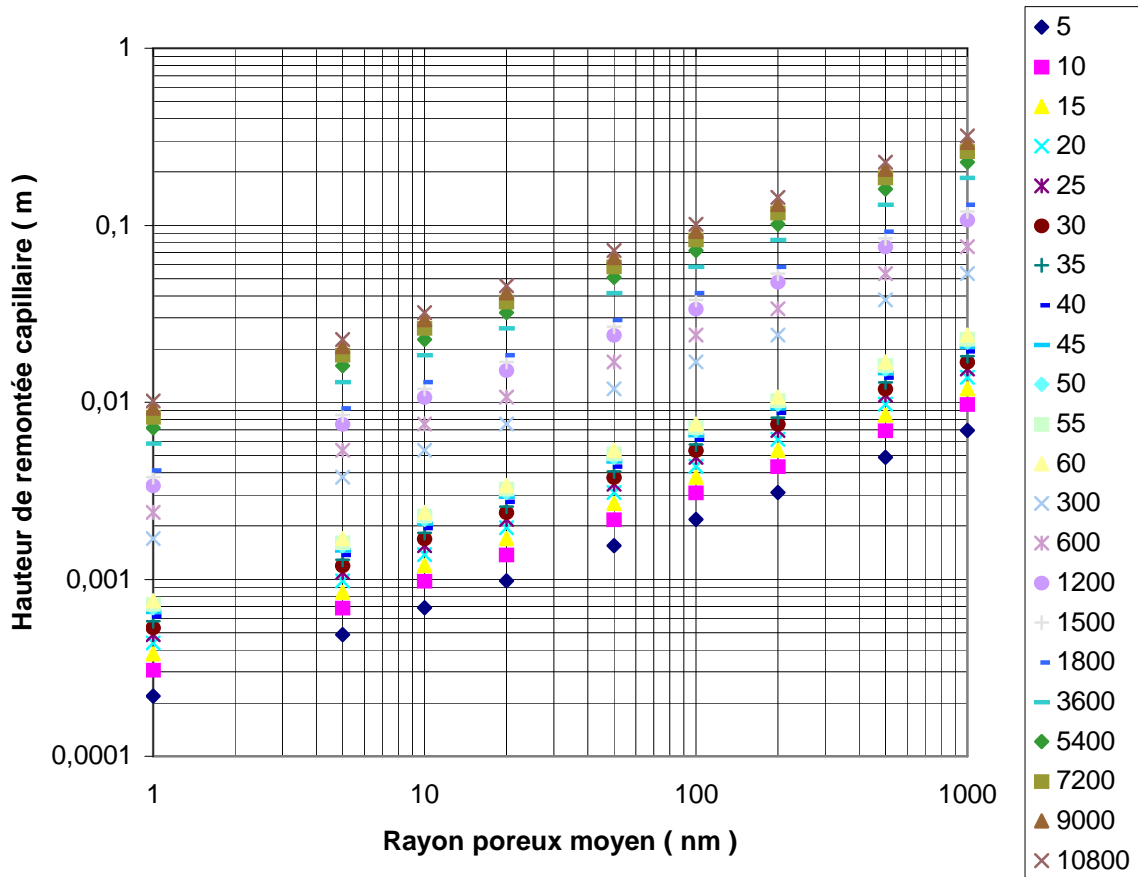


Figure 73 : abaque permettant la détermination du rayon poreux moyen du mortier en fonction de la hauteur d'ascension capillaire de l'eau et du temps

La légende reprend les temps de lecture exprimés en secondes.

La lecture du graphique signifie donc que, pour une ascension de 1 mm en 5 secondes, il est possible d'évaluer le rayon poreux moyen à 20 nm.

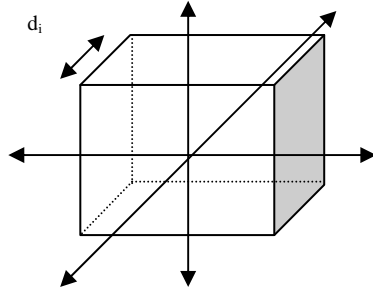
Il serait intéressant de pouvoir déterminer la quantité de fluide qui peut être absorbée par le support quand la barbotine est appliquée, de façon à évaluer la valeur du rapport E/C à l'interface.

Le calcul du volume ou de la masse de fluide est basé sur le raisonnement suivant :

- connaissant le rayon moyen des pores, on peut en déduire la section  $\Omega = \pi r_p^2$ ;
- connaissant la section  $\Omega$  et le volume poreux  $V$ , on peut en déduire la longueur théorique du capillaire de rayon moyen  $L = \frac{V}{\Omega}$  (en m/g de matière);



- connaissant la masse de l'échantillon et faisant l'hypothèse que les capillaires sont disposés de façon homogène suivant les 3 directions de l'espace,



il est possible de calculer, pour une géométrie donnée, le nombre de capillaires par unité de surface :

$$n_p = \frac{L \cdot m_i}{3 \cdot d_i}$$

dans laquelle  $m_i$  est la masse de l'échantillon en g  
 $d_i$ <sup>36</sup> est la longueur maximum de l'échantillon.

Il est alors possible de déterminer la quantité d'eau en masse qui est absorbée pour la surface en contact :

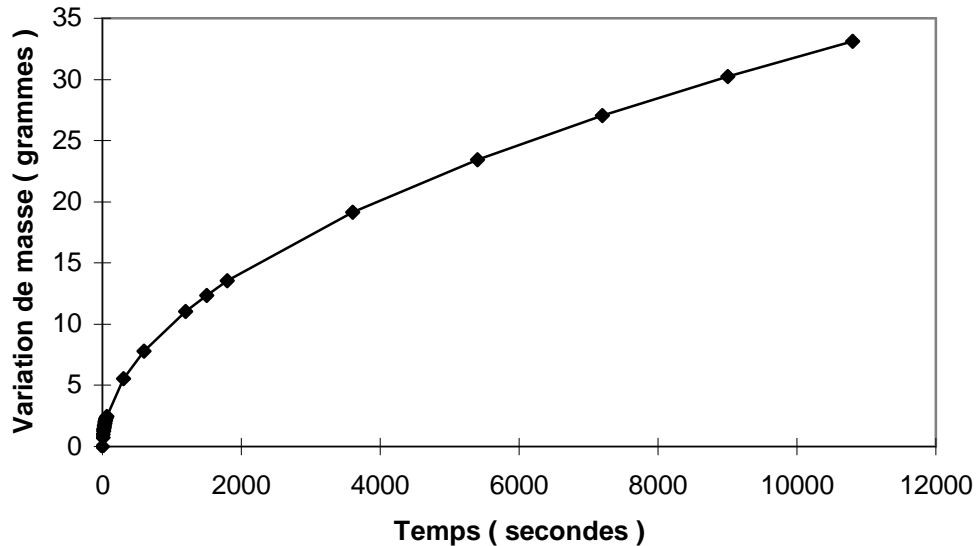
$$E_i = n_p \cdot \ell_{pi} \cdot \Omega \cdot \rho$$

dans laquelle  $\rho$  est la masse volumique du fluide absorbé.

Le même raisonnement appliqué à la roche permet de déduire, en tenant compte du rapport de surface établi précédemment (65/35), la remontée capillaire dans un échantillon de dalle polie :

---

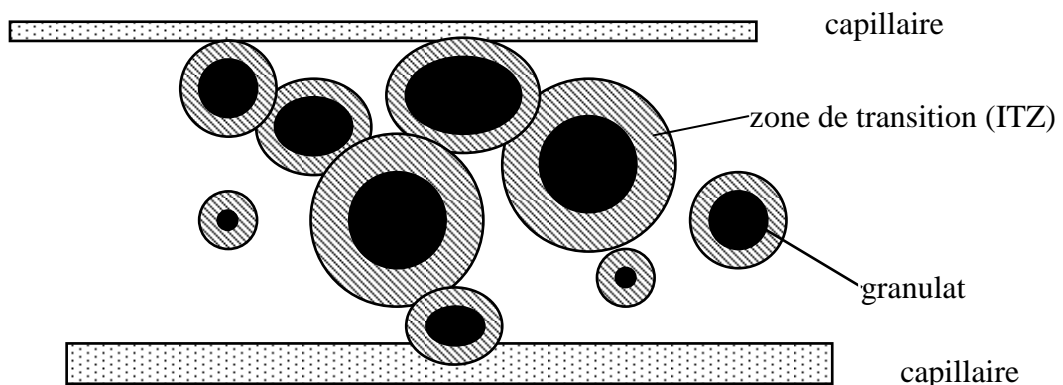
<sup>36</sup> dans le cas où l'échantillon n'est pas cubique, on peut prendre  $d_i = \frac{d_1 + d_2 + d_3}{3}$  ou définir la face exposée à la remontée capillaire.



*Figure 74 : absorption théorique d'eau par capillarité sur dalle polie - variation en masse*

Nous constatons directement une différence entre le calcul théorique et l'essai : la quantité d'eau absorbée est plus importante théoriquement qu'expérimentalement. Divers facteurs vont jouer dans un sens ou dans l'autre pour expliquer ce comportement :

- la simplification des calculs : une première simplification concerne la valeur du rayon poreux moyen qui est sensé représenter l'ensemble des capillaires de la roche et du mortier (dalle polie);
  - la tortuosité, qui n'est pas prise en compte dans le modèle et qui aura pour effet d'augmenter la longueur réelle des capillaires;
  - la forme des capillaires, qui ne sont bien entendu pas (et loin s'en faut) tous cylindriques, et pour lesquels il conviendrait de calculer un rayon équivalent;
  - la présence de cristaux et de dépôts en surface des capillaires qui ont pour effet de provoquer des pertes de charge;
  - la variation du rayon, qui n'est pas prise en compte dans le modèle mais qui est réelle.
- Or, une variation de rayon entraîne une variation de la vitesse de remontée capillaire;



*Figure 75 : connectivité des zones de transition et des capillaires*

- la connectivité, non seulement des capillaires mais aussi des zones interfaciales. Pour qu'il y ait mouvement de liquide dans le béton, il faut bien entendu qu'il y ait connectivité entre les zones interfaciales et les capillaires présents dans la pâte de ciment.

#### 4.3.2. CALCUL THEORIQUE DE REMONTEE CAPILLAIRE SUR BASE DE LA REPARTITION GRANULOMETRIQUE DES CAPILLAIRES

Le même genre d'analyse peut être réalisé en se basant, non plus sur le rayon moyen des pores, mais sur la répartition réelle (ou du moins mesurée) des capillaires de taille différente. Nous connaissons la répartition volumétrique des pores (en pourcents). Le volume de liquide absorbé dans les capillaires du béton (dalle polie) au temps  $t_i$  peut être estimé à partir de la relation suivante :

$$Volume = \sum_{j=1}^n \ell_{pij} \cdot n_j \cdot \Omega_j + \sum_{k=1}^m \ell_{pik} \cdot n_k \cdot \Omega_k$$

dans laquelle le premier terme est relatif au squelette poreux défini par la porosimétrie au mercure et le second à l'effet de la zone de transition (ITZ). La signification des différents facteurs est la suivante :

$\ell_{pij,k}$  = remontée capillaire dans le pore de rayon  $r_{j,k}$  au temps  $t_i$

$n_{j,k}$  = nombre de capillaires de rayon  $r_{j,k}$

$\Omega_{j,k}$  = section du capillaire de rayon  $r_{j,k}$ .

La hauteur de remontée capillaire est donnée par :

$$\ell_{pij} = \sqrt{\frac{r_j \cdot \gamma_L \cdot \cos \theta}{4 \eta}} \cdot t_i$$

Le nombre de capillaires de rayon  $r_j$  peut être calculé comme indiqué au chapitre précédent, en fonction du volume poreux correspondant et de sa section.

Enfin, le rayon utilisé pour le calcul de  $\ell_{pik}$  dans le second terme relatif à la zone de transition est un rayon équivalent correspondant à l'épaisseur  $b$  de l'auréole de transition autour des granulats :

$$r_{\text{équivalent}} = \sqrt{b(2r + b)}$$

où  $r$  est le rayon du grain autour duquel est évaluée l'épaisseur de l'auréole. Il reste bien entendu à estimer l'épaisseur  $b$  : certains auteurs [81] parlent d'auréoles de 50  $\mu\text{m}$ . Les observations que nous avons pu faire au microscope sur des grains de 1,2 à 4,5 mm<sup>37</sup> donnent plutôt des valeurs de l'ordre de 1 à 10  $\mu\text{m}$ .

Le calcul a été opéré sur base de 50, 10, 5 et 1  $\mu\text{m}$ .

Le tableau ci-après présente les résultats obtenus sur barbotine IV.

<sup>37</sup> ce sont uniquement les grains de dimensions comprises entre 1,2 et 4,5 mm qui sont pris en compte dans le calcul de l'évaluation de la zone de transition puisque la porosimétrie a été menée sur les échantillons de mortier (dalle polie) dont la dimension maximum des grains vaut 1 mm; l'essai a donc déjà pris en compte les zones de transition autour de ces grains.

**Tableau 67 : calcul théorique de la remontée capillaire sur un échantillon de dalle polie (rapport de surface 65/35) avec la solution interstitielle de la barbotine IV - variation en masse (g)**

Temps (sec)	Sans ITZ	ITZ=50µm	ITZ=10µm	ITZ=5µm	ITZ=1µm	Essai
0	0	0	0	0	0	0
5	7.8879E-10	3.06	0.60	0.30	0.06	0.22
10	1.1155E-09	4.33	0.85	0.42	0.08	0.32
15	1.3662E-09	5.31	1.04	0.52	0.10	0.38
20	1.5776E-09	6.13	1.20	0.60	0.12	0.42
25	1.7638E-09	6.85	1.34	0.67	0.13	0.46
30	1.9321E-09	7.51	1.47	0.74	0.15	0.49
35	2.0869E-09	8.11	1.59	0.79	0.16	0.52
40	2.231E-09	8.67	1.70	0.85	0.17	0.54
45	2.3664E-09	9.19	1.80	0.90	0.18	0.56
50	2.4944E-09	9.69	1.90	0.95	0.19	0.59
55	2.6161E-09	10.16	1.99	1.00	0.20	0.6
60	2.7324E-09	10.61	2.08	1.04	0.21	0.63
300	6.1099E-09	23.73	4.65	2.33	0.47	1.2
600	8.6407E-09	33.57	6.58	3.29	0.66	1.75
900	1.0583E-08	41.11	8.06	4.03	0.81	2.19
1200	1.222E-08	47.47	9.30	4.65	0.93	2.58
1500	1.3662E-08	53.07	10.40	5.20	1.04	2.95
1800	1.4966E-08	58.14	11.39	5.70	1.14	3.24

Il apparaît clairement que, si on ne tient pas compte de la présence de la zone de transition (ITZ), la loi de remontée capillaire ne conduit pas à l'obtention de résultats du même ordre de grandeur que ceux obtenus expérimentalement.

La comparaison entre théorie et résultats expérimentaux peut être interprétée dans deux sens :

1. il est possible de déduire de la différence de comportement une évaluation de l'épaisseur de la zone de transition autour des grains de diamètre compris entre 1,2 et 4,5 mm. En effet, il suffit d'adapter et d'optimiser nos calculs pour faire correspondre les courbes théoriques et expérimentales.

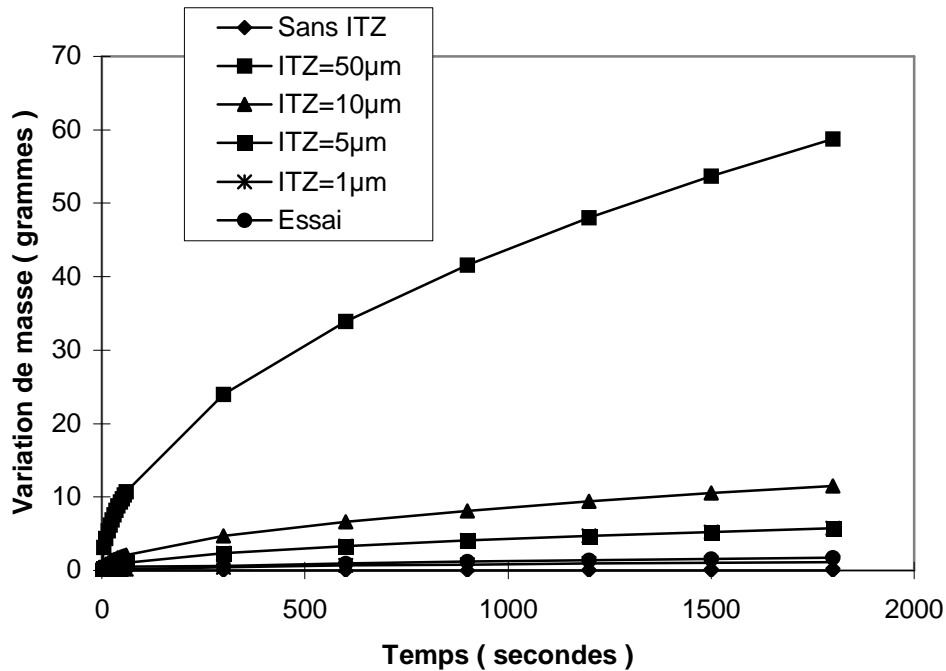


Figure 76 : absorptions capillaires théoriques et expérimentales de la solution interstitielle de la barbotine I dans le béton – variation en grammes

Dans le cas de la barbotine I, à titre d'exemple (Figure 76), nous constatons que l'épaisseur de la zone de transition doit correspondre à  $2 \mu\text{m}$  pour que les deux courbes coïncident. Connaissant la répartition volumétrique des pores ainsi que la courbe expérimentale d'absorption capillaire, il est ainsi possible de définir la taille de la zone de transition;

- si l'observation au microscope permet de déduire que l'épaisseur de la zone de transition (ITZ) est de l'ordre de  $5 \mu\text{m}$ , nous pouvons calculer un coefficient d'adaptation de la courbe théorique à l'observation expérimentale, qui va tenir compte des facteurs mentionnés dans le paragraphe précédent et qui est caractéristique du béton analysé.

#### 4.4. Coefficient de capillarité

La comparaison entre calculs théoriques et mesures expérimentales peut nous permettre de définir un coefficient, que nous qualifierons de *coefficient de capillarité*, et qui prend en compte les propriétés difficilement quantifiables que nous avons citées précédemment : accessibilité progressive des capillaires, connectivité, tortuosité, finalement toutes les interrogations qui restent sur la représentation correcte du squelette granulaire [47]. Nous n'avons pas constaté au niveau de nos observations au microscope, de différence dans l'épaisseur de la zone de transition pour les différentes barbotines; nous allons donc considérer une valeur moyenne de  $10 \mu\text{m}$  et effectuer notre analyse à partir de l'étude du comportement de l'eau, pour laquelle nous possédons un plus grand nombre de résultats.

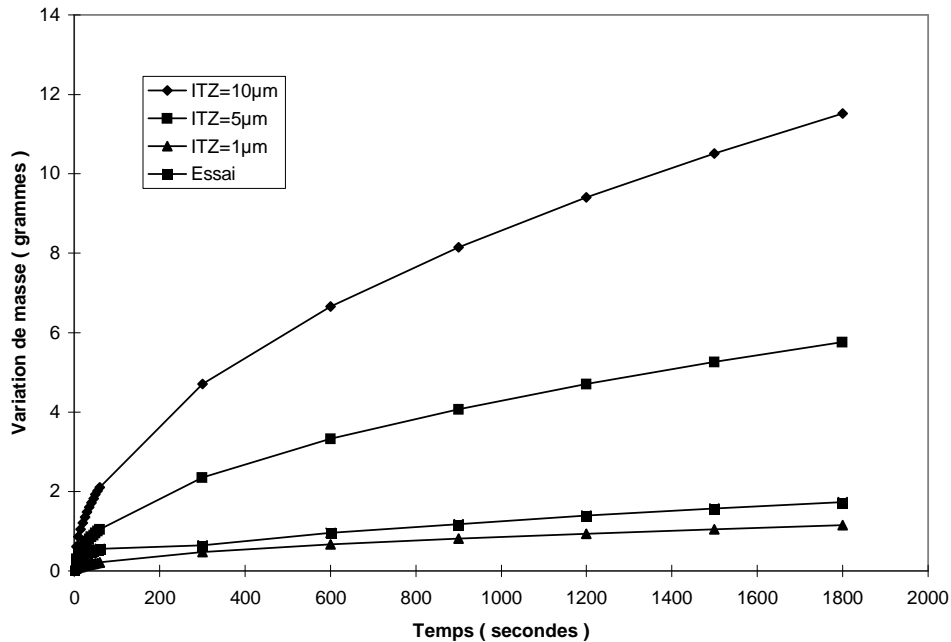


Figure 77 : absorptions capillaires théoriques et expérimentales de l'eau dans le béton – variation en grammes

La recherche de corrélation conduit à une équation dont les paramètres sont :

$$(exp) = a_1 + b_1 (theo)$$

dans laquelle  $a_1 = 0,216$

$$b_1 = 0,126$$

avec  $r^2 = 0,970$

Le paramètre  $a_1$  traduit en particulier la différence constante qui existe entre les deux courbes et qui est directement à mettre en relation avec une différence réelle du "rayon moyen", tandis que  $b_1$  exprime que la différence va en grandissant en fonction du temps. Nous proposons de définir le *coefficient de capillarité* à partir du rapport entre les paramètres  $a_1$  et  $b_1$  calculés pour l'eau :

$$C = \frac{b_1}{a_1} = 0,583$$

Ce coefficient est caractéristique du béton que nous avons étudié et permet de déterminer par la suite le comportement du béton avec d'autres types de liquides ( $\gamma_L$ ,  $\theta$ ,  $\eta$ ), en intégrant l'effet des paramètres physiques tels la connectivité, la forme des pores,...

#### 4.5. Comparaison des dalles sablées et polies

Les développements réalisés ci-avant concernent les dalles polies. Nous avons observé (chapitre V) un comportement différent des dalles sablées, qui présentent globalement un "retard" dans la hauteur de remontée et l'absorption capillaire. Existe-t-il une relation directe permettant de chiffrer ce retard, d'autant plus facilement dans notre cas que c'est le même matériau de base ?

Une analyse statistique de corrélation permet d'établir une relation du type :

$$(SAB) = a_2 + b_2 \cdot (POL)$$

dans laquelle  $a_2 = -0,140$

$$b_2 = 0,649$$

avec  $r^2 = 0,987$ .

Le terme  $a_2$  exprime le retard à l'origine et  $b_2$  la constance de la différence entre les deux comportements.

La constante  $b_2$  doit être considérée comme une constante propre au matériau, qui tient compte de sa spécificité porométrique, indépendamment de la préparation de surface. La constante  $b_1$  quant à elle est plutôt liée à l'influence des conditions initiales de mouillage, et notamment à la rugosité : plus la rugosité est importante, plus le mouillage de la surface de béton par l'eau sera aisé et moins le retard sera important. Nous avons donc :

$$a_2 \div \frac{I}{\text{rugosité}}$$

Le coefficient  $a_2$  pourrait être évalué à partir du coefficient de WENZEL adapté qui permet de tenir compte de cette rugosité de surface<sup>38</sup>.

#### 4.6. Evolution du rapport E/C dans la barbotine de ciment

Nous avons noté par nos observations au microscope qu'il existe, en particulier sur les supports secs, une variation importante de la porosité de la barbotine de ciment, qui peut résulter dans certains cas en une zone de transition très marquée au droit de la pâte de ciment mais aussi parfois de granulats.

Il y a donc, au sein de la barbotine, une diminution de la quantité d'eau, qui sera directement proportionnelle au nombre et à la quantité de capillaires présents en surface du support. Connaissant la quantité de barbotine appliquée sur le support ainsi que la géométrie de la surface de contact, il est possible de calculer la quantité d'eau disponible et, partant, l'évolution du rapport E/C à partir des courbes d'absorption capillaire :

$$\begin{cases} \frac{E_0}{C} = x_0 \\ E_0 + C = S_i \cdot e \cdot \rho \end{cases}$$

d'où 
$$E_0 = \frac{x_0}{x_0 + 1} (S_i \cdot e \cdot \rho)$$

dans lesquelles

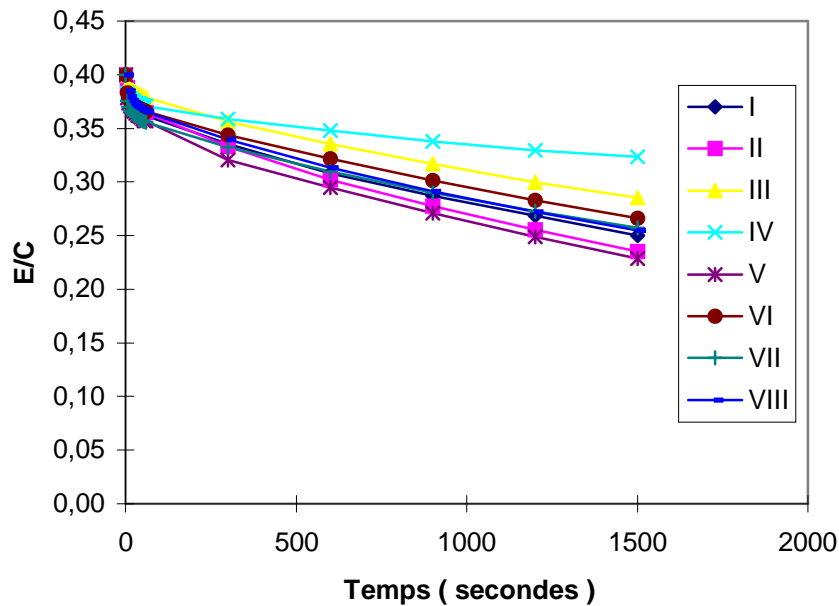
- $E_0$  est la teneur en initiale en eau de la barbotine (g)
- $C$  est la teneur en ciment de la barbotine (g)
- $S_i$  est la surface de contact ( $m^2$ )
- $e$  est l'épaisseur de la couche de barbotine appliquée sur le support en béton (m)
- $\rho$  est la masse volumique de la barbotine ( $g/m^3$ )
- $x_0$  est le rapport E/C initial.

<sup>38</sup> nous ne parlons pas ici du problème de l'ondulation et de la rugosité macroscopique qui y est associée.

Nous pouvons en déduire  $\left(\frac{E}{C}\right)_i = x_i = \frac{E_0 - E_i}{C}$

dans laquelle  $E_i$  représente la quantité absorbée par le support au temps  $t_i$ .

Le graphique ci-après illustre la situation d'une dalle polie sèche en contact avec les barbotines de ciment.



**Figure 78 : évolution du rapport E/C dans les barbotines de ciment (I à VIII) appliquées sur dalle polie**

La chute du rapport E/C est donc très rapide dès la mise en contact de la barbotine et du support, puis diminue moins rapidement au-delà d'une dizaine de minutes.

La relation qui lie E/C au temps est du type :

$$\left(\frac{E}{C}\right)_i = a - b \log(t_i)$$

dans laquelle  $a = (E/C)_0 =$  rapport E/C initial

$b =$  constante

Cette constante  $b$  est directement liée, suivant la loi de comportement que nous avons établie ci-avant, à la viscosité  $\eta$  et à la tension superficielle  $\gamma_L$  de la barbotine, à la mouillabilité (angle de contact  $\theta$ ) et aux caractéristiques de surface (dimension et nombre de capillaires) du support en béton.

$$b \div C \cdot \frac{\gamma_L \cdot \cos \theta}{\eta} r_p$$

dans laquelle  $C$  est le coefficient de capillarité et permet de prendre en compte les caractéristiques du ciment.



Il nous faut remarquer ici l'importance de tous les facteurs mentionnés ci-avant et notamment de la viscosité. Nous avons considéré que la viscosité était celle de la solution centrifugée de la barbotine, c'est-à-dire finalement celle de l'eau : il n'est probablement pas exact de ne pas tenir compte de la "masse" de la barbotine qui freine le mouvement de l'eau. Cette hypothèse, nous avons dans un premier temps essayé de la vérifier en réalisant des applications sur dalles polies et en raclant les échantillons après  $x$  secondes; le dépôt de restes de barbotine dans les anfractuosités inévitablement présentes à la surface des dalles, rendait malheureusement ces mesures peu fiables. D'autres méthodes, comme celle proposée par OLIVEIRA [7], prévoient l'emploi de "papiers buvards" sensés imiter le comportement du support en béton, mais sans qu'il soit possible de tenir compte de la répartition granulométrique des pores ni des propriétés thermodynamiques ( $\gamma_L$ ,  $\theta$ ) du papier filtre.

## 5. CONCLUSIONS

Deux phénomènes fondamentaux ont été mis en évidence dans ce chapitre :

- la diffusion des ions doit exister entre la solution interstitielle de la barbotine de ciment et celle du béton, dont la saturation a provoqué une (re)mise en solution d'un certain nombre de sels présents sur les parois des pores et capillaires.  
Si les concentrations sont différentes dans les deux "liquides" mis en contact au moment de l'application de la barbotine de ciment sur le béton support, il y a forcément diffusion et équilibrage des concentrations dans les deux sens, mais, selon nos premières observations, préférentiellement dans le sens support vers la barbotine.

Un certain nombre d'hypothèses, basées sur la composition ionique des eaux interstitielles et sur les observations au microscope, peuvent être faites :

- la solution interstitielle se sature rapidement en KOH et NaOH à cause de la grande solubilité des composés de sodium et potassium;
- si le support est carbonaté, il peut y avoir dissolution de carbonates de calcium et formation d'autres formes de carbonates, par exemple à partir du sodium ou de potassium, et production de portlandite.

Cette réaction peut s'inverser lorsque la concentration en portlandite, qui est également produite par l'hydratation du ciment, devient importante, et se produisent alors des phénomènes de recristallisation à l'interface, à base de carbonates de calcium (ou d'autres composés);

- si le support n'est pas carbonaté, le dioxyde de carbone doit venir de l'extérieur pour permettre ce genre de précipitations, ce qui est beaucoup plus aléatoire.

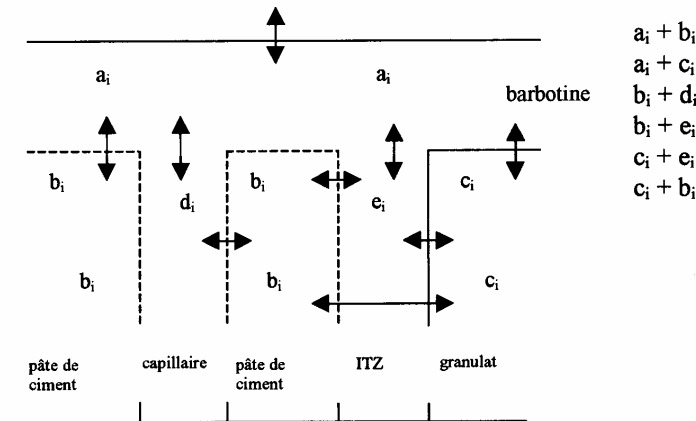


Figure 79 : échanges ioniques à l'interface entre le béton support et la barbotine de ciment

La diffusion des ions est donc une réalité mais l'effet de cette diffusion est beaucoup plus difficile à quantifier à cause de la multiplicité des ions en circulation, de la difficulté de définir lesquels vont précipiter ou repasser en solution et de l'interface des parois qui ne sont pas neutres dans les phénomènes d'échanges.

- la succion capillaire est un phénomène qui se produit a priori et en tout cas au départ dans le sens inverse : c'est la barbotine de ciment (et à tout le moins la solution interstitielle comme l'ont montré les nombreuses investigations au microscope) qui est absorbée dans le support en béton. Nous disons *a priori* et *au départ* car en effet ce processus est évolutif et, au fur et à mesure du développement du gel de tobermorite et de la connexion des grains de ciment en train de s'hydrater en développant un réseau capillaire, il peut y avoir ralentissement, voire inversion, du sens de transport. Mais la succion capillaire la plus importante est celle qui se produit dès la mise en contact et de la barbotine vers le béton, par les capillaires les plus gros et les plus volumineux : ce transport ne se produira que si le support n'est pas saturé en eau et si la pression de l'air reste suffisamment faible, ce qui était visiblement le cas dans nos applications.

La loi de WASHBURN, présentée notamment par KINLOCH [34], peut servir de base aux calculs d'absorption capillaire moyennant, comme nous l'avons fait, la prise en compte de :

- la répartition granulométrique des capillaires, au sens de la porosimétrie au mercure qui ne nous donne qu'une idée précise mais incomplète du squelette poreux du béton<sup>39</sup>;
- le coefficient de capillarité, qui permet d'intégrer les particularismes du support liés à la connectivité des pores et la forme des capillaires, mais aussi au type de ciment, au rapport E/C, ... qui vont influencer les paramètres précités;
- la zone de transition interfaciale (ITZ) qui joue un rôle fondamental à cause de l'importance de la surface et du volume qu'elle offre pour la remontée capillaire.

<sup>39</sup> voir à ce propos un article très complet de MENG [47].

Ce que nous venons de développer ci-avant n'a d'autre but que de définir les paramètres d'appétence; cela nous a permis de qualifier et de quantifier les propriétés des produits en présence qui influencent la création de l'interface. Nous avons constaté que :

- la tension superficielle  $\gamma_L$ ;
- la viscosité  $\eta$ ;
- le rayon des capillaires  $r$ ;
- l'angle de contact  $\theta$ ;

jouaient un rôle important dans la détermination de la remontée capillaire. Mais nous avons surtout mis en évidence que ces paramètres n'ont pas tous la même importance et que, dans le cas de l'application de barbotine à base de liant hydraulique, les valeurs de  $\gamma_L$ ,  $\eta$  et  $\theta$  ne varient pas fondamentalement mais par contre qu'il faut absolument tenir compte de la répartition granulométrique des capillaires ainsi que de la zone de transition entre granulats et pâte de ciment pour "expliquer" les observations expérimentales.

## CHAPITRE X

### CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Notre objectif en commençant ce travail était de définir *l'appétence*, sous l'angle de trois variables que nous avons estimées fondamentales dans la description du phénomène de création de l'interface : la rugosité, les propriétés thermodynamiques et l'absorption capillaire.

L'appétence n'est finalement qu'une partie d'un ensemble de facteurs internes ou externes qui vont influencer la qualité du joint réalisé, mesurée dans notre cas par un essai d'adhérence-traction. Définir une relation de *cause à effet* entre *l'appétence* et *l'adhérence* a donc quelque chose de présomptueux. Il y a trop d'événements potentiels intermédiaires qui risquent de venir perturber l'équilibre qui s'est établi entre les produits : le retrait, les variations de température et d'hygrométrie, l'habileté du manipulateur, les agents agressifs, les défauts, ... sont autant de facteurs qui vont influencer l'adhérence.

Nous n'avons bien entendu pas tout étudié mais nous avons voulu être le plus exhaustif possible dans la présentation des paramètres qui définissent l'appétence et la stabilité de l'interface, mais aussi dans les facteurs qui agissent lorsque l'interface est créée. La caractérisation de la rugosité de surface, l'approche thermodynamique ainsi que les problèmes de transfert à l'interface nous ont particulièrement intéressés parce que, par expérience, ils semblaient les plus importants dans cette recherche, ce qui sera tempéré par la suite.

L'évaluation des *propriétés thermodynamiques* du support n'est pas facile dans le cas de supports comme le béton : rugosité, porosité et hétérogénéité des matériaux en surface nous ont amenés à travailler sur des supports polis et homogènes, de façon à distinguer les propriétés de chacun des composants. Cette solution n'est évidemment pas idéale car le travail d'adhésion ou l'énergie interfaciale du béton ne peuvent pas se réduire à une simple composition des propriétés des constituants basée sur une loi des mélanges appliquée à la surface du béton : la couche d'apport sera en contact avec la roche, avec la pâte de ciment, le grain de sable ou la zone interfaciale mais pas un mélange des quatre. Toutefois, cette approche nous a révélé des informations intéressantes quant aux valeurs relatives des tensions superficielles des liquides et solides même si, pour ces derniers, d'autres techniques devraient être envisagées. Les valeurs particulièrement faibles des angles de contact mesurés sur différents supports sont directement en relation avec les valeurs élevées de l'adhérence mesurée sur les barbotines appliquées sur béton. Mais il est vraisemblablement difficile d'aller plus loin dans les conclusions, du moins dans l'état actuel de nos informations : corrélérer l'adhérence au travail d'adhésion, à l'énergie relative ou à la tension interfaciale s'est avéré impossible sinon illusoire. Car c'est ici que resurgit de façon particulièrement évocatrice notre remarque introductive : trop de facteurs externes viennent influencer les effets de *l'appétence* pour que l'on puisse affirmer qu'une bonne appétence donnera toujours une bonne adhérence.

Si les conditions nécessaires pour que la mise en contact de la barbotine et du support ont été réunies – faible valeur de l'angle de contact, valeur élevée du travail d'adhésion – elles ne sont pas suffisantes pour assurer la valeur élevée de l'adhérence.

Nous avons déjà amorcé cette réflexion en signalant que le travail d'adhésion que nous avons calculé est plutôt relatif à la stabilité thermodynamique de l'interface en phase liquide et solide que réellement à l'image d'un travail qu'il faudrait fournir si on voulait séparer les deux corps solides.

Certains auteurs ont franchi le pas en assimilant  $\gamma_L$  et  $\gamma_L^C$  : nous ne l'avons pas fait parce que ce n'était pas directement notre intérêt de recherche.

Il nous faut également ajouter que, lorsque l'adhésion est évaluée par une mesure d'adhérence-traction, les résultats obtenus ne sont pas uniquement le reflet du travail interfacial d'adhésion  $W_A$  mais aussi du travail dépensé en déformation plastique et de l'énergie élastique accumulée sous forme d'énergie de déformation "stockée" dans la couche d'apport. Ceci est peut-être plus criant pour un revêtement de peinture ou un mortier modifié aux polymères (PCC) mais peut avoir une influence sur les résultats que nous avons obtenus en surestimant l'importance de  $W_A$ .

D'autre part, la mécanique de la rupture nous explique que le moindre défaut, micro-fissure, hétérogénéité peut constituer l'amorce d'une rupture fragile et instantanée que la valeur la plus élevée du travail d'adhésion ne pourra jamais contrebalancer. Ces effets ne peuvent être réduits que par la qualité de la mise en œuvre et le soin apporté aux conditions de maturation .

Les *paramètres d'état de surface* ont pu être définis de façon claire et rigoureuse, en analysant le signal d'enregistrement du profil ou de la surface du support. Le choix du pas de mesure, de la gamme de mesure et du diamètre de la tête du palpeur sont essentiels en fonction de l'information que l'on souhaite en retirer : *ondulation* ou *rugosité*. Le premier terme recouvre les basses fréquences du profil et fournit des indications sur la forme générale du profil, de même que sur la surface effective de ce dernier.

C'est une donnée essentielle pour l'estimation de l'effet d'une technique de préparation de surface (sablage, hydrosablage, bouchardage, traitement chimique,...) sur l'accroissement éventuel de la surface potentielle de contact. C'est cette technique qui nous a permis notamment de mettre en évidence la faible différence entre un revêtement poli et les revêtements sablés que nous avons utilisés. La courbe de taux de portance est à cet égard un outil fort précieux : sa forme et les coefficients de remplissage qu'elle permet de définir sont autant de facteurs discriminants et descriptifs de l'état de surface du support.

La rugosité, obtenue après filtrage du profil total, est beaucoup moins discriminante que l'ondulation. D'un ordre de grandeur tout à fait différent (quelques microns), elle agit plutôt sur le processus de mouillage de la surface en modifiant théoriquement l'angle de contact. Nous disons bien "théoriquement" car, dans le cas des supports en béton, le matériau est déjà tellement poreux qu'il ne semble pas que la rugosité mécanique modifie un tant soit peu la valeur des angles de contact; dans le cas de support parfaitement non poreux (matières plastiques,...), les paramètres de rugosité définis par l'analyse du profil filtré permettent de calculer un coefficient de WENZEL modifié.

Mais ce qui manque encore au prescripteur est une valeur pivot ou, à tout le moins, quelques références qui permettraient de juger de la qualité de la préparation de surface; actuellement en effet, il est difficile de trouver des valeurs pratiques qui permettraient de guider le choix des techniques de préparation de surface.

L'existence de mouvements de fluides dans les bétons ou l'effet de l'utilisation de polymères dans les mortiers de réparation sur ces mouvements, ont été étudiés par de nombreux auteurs; mais les échanges à l'interface ne se limitent pas à des phénomènes physiques de perméabilité ou d'absorption capillaire. Il est important de prendre en compte également des phénomènes liés à la physico-chimie des solutions interstitielles de la barbotine et du support, lorsque celui-ci est saturé: même si les fluides sont au repos, il peut y avoir des mouvements ioniques. Nous avons clairement mis en évidence les différences de concentrations des principaux éléments rencontrés dans les solutions interstitielles en fonction de l'âge du béton, du type de ciment employé,... Les alcalins ( $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{K}_2\text{O}$ ) jouent un rôle essentiel dans ces diffusions d'ions à cause de leur importante solubilité; de même la chaux  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , en quantité importante dans le milieu, va se retrouver à une série d'endroits stratégiques : à l'interface granulats calcaires – barbotine de ciment, ainsi qu'au niveau de la pâte de ciment carbonatée. Ces mouvements, qui peuvent s'inverser, vont provoquer des précipitations ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,...) qui renforcent ou détruisent les liaisons et créent ou défont une série d'ancrages chimiques, en surface ou sur les parois des capillaires, d'un ordre de grandeur énergétique plus élevé que les forces de VAN DER WAALS. Ces hypothèses sont étayées par nos analyses des solutions interstitielles ainsi que par les observations au microscope optique ou électronique. Il serait intéressant de vérifier que les profondeurs de pénétration observées sur le bleu de méthylène sont bien le reflet d'une diffusion d'ions et pas seulement de l'absorption capillaire en utilisant un traceur : l'emploi de billes de verre n'ayant pas donné satisfaction, nous pourrions nous orienter vers l'emploi de produits comme le silicate de baryum ( $\text{B}_3\text{S}$  en nomenclature ciment), qui est détectable aux rayons X et dont la structure est semblable à celle du  $\text{C}_2\text{S}$  ou  $\text{C}_3\text{S}$ . Il faudra néanmoins vérifier que les propriétés thermodynamiques ( $\gamma_L$ ,  $\theta$ ) ne s'en trouveraient pas modifiées et tenir compte de l'effet de la taille des molécules (le baryum ayant un rayon atomique plus grand que le calcium).

La fluorescence X permettrait également d'avoir une idée plus précise sur les composés réellement présents dans la barbotine, à l'interface et dans les capillaires.

Lorsque le support est sec, le phénomène qui précède la diffusion est l'absorption capillaire : d'un point de vue expérimental, l'essai que nous avons mis sur pied montre un grand intérêt car il permet de mesurer les quantités d'eau absorbées dès le départ; nous constatons que les premières secondes sont primordiales (et à la limite suffisantes) pour caractériser les matériaux et qu'elles reflètent le comportement à long terme.

La modélisation basée sur la loi de WASHBURN et qui prend en compte la répartition granulométrique des pores dans le béton, ne donne satisfaction que si l'on introduit dans le calcul la contribution des zones interfaciales de transition entre granulats et pâte de ciment (ITZ) qui sont généralement de grande dimension par rapport à la dimension des pores capillaires et des pores de gel.

Ces calculs nous ont permis notamment de définir des abaques permettant, en fonction de la hauteur d'ascension capillaire et du temps, de définir le rayon moyen poreux. L'évolution du rapport E/C dans la barbotine est également une information directement tirée de l'essai d'absorption capillaire en continu.

Les observations et caractérisations que nous avons réalisées dans le cadre de cette recherche devraient conduire à des développements futurs dans différents domaines de la science des matériaux :

- le recyclage des déchets de démolition et de béton, qui produit des matériaux recyclés dont les caractéristiques sont définies par les paramètres que nous avons étudiés : rugosité, propriétés thermodynamiques, porosité de surface, ... Nous sommes en effet dans ce cas en présence d'un ancien béton, qui sera mis en contact avec une nouvelle pâte de ciment;
- la caractérisation précise et exhaustive des produits de cristallisation ou de dissolution aux interfaces entre bétons et mortiers de réparation et dans les zones contiguës;
- la définition des propriétés thermodynamiques des divers mortiers de réparation à base de polymères (PCC) ou de résines époxy (PC) de façon à mieux comprendre les mécanismes d'appétence et d'adhérence entre ces divers produits et les supports;
- la caractérisation profilométrique et surfométrique des surfaces en béton préparées au moyen de diverses techniques (sablage, hydrosablage, dénudage chimique, ...).

Notre dernière réflexion sera pour le praticien : préparer la surface en la nettoyant pour améliorer le mouillage, travailler sur un support humide pour éviter la chute du rapport E/C, choisir le produit à appliquer pour diminuer l'angle de contact, utiliser une barbotine pour améliorer l'adhérence, soigner les premiers âges de la liaison... sont autant de gestes simples mais efficaces.

Le lien entre la *cause* et l'*effet* est à présent un peu plus clair. Sauf peut-être que la cause n'est pas unique et que l'effet est pluriel.

**BIBLIOGRAPHIE**

1. Maugis, D. and Barquins, M.E.R. (1986) Adhésion, collage et mécanique de la rupture, in *ISAP 86 Adhesion between Polymers and Concrete*, (ed. H.R. SASSE), Chapman and Hall, London, pp. 42-54.
2. Mlodecki, J. (1986) Adhesion forces of polymer modified concrete and plain concrete to steel in moulds and in reinforced concrete, in *ISAP 86 Adhesion between Polymers and Concrete*, (ed. H.R. SASSE), Chapman and Hall, London, pp. 55-63.
3. Mazkewitsch, A. and Jaworski, A. (1986) Adhésion entre un béton et le coffrage, in *ISAP 86 Adhesion between Polymers and Concrete*, (ed. H.R. SASSE), Chapman and Hall, London, pp. 67-72.
4. Anderson, G.P., Bennett, S.J. and Devries, K.L. (1977) Chemical and physical aspects of adhesive fracture, in *Analysis and Testing of Adhesive Bonds*, (ed. G.P. ANDERSON), Academic Press, New York, pp. 155-83.
5. Vaneetveld, B. (1991) *Etude de l'endommagement créé dans le béton sain lors des opérations de décapage*. Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées. Travail de fin d'études.
6. Blaszczyk, B. (1992) *Etude des phénomènes d'interface entre les produits de réparation en LHM et le béton support*. Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées. Travail de fin d'études.
7. Pereira De Oliveira, L. (1992) *Influence du microbéton de remplissage et des systèmes constructifs sur le comportement des maçonneries armées*. Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées. Thèse de doctorat.
8. Fiebrich, M.H. (1994) Scientific aspects of adhesion phenomena in the interface mineral substrate-polymers, in *Proceedings of 2nd Bolomey Workshop, Adherence of young and old Concrete*, (ed. F.H. Wittman), Aedificatio Verlag, Unterengstringen, pp. 25-58.
9. Jutnes, H. and Oye, B.A. (1995) Capillary suction of water by polymer cement mortars, in *RILEM Symposium on Properties and Test Methods for Concrete-Polymer Composites*, (ed. D. Van Gemert), Koninklijke Vlaamse Ingenieursvereniging, Oostende, pp. 29-37.
10. Pareek, S.N. (1993) *Improvement in adhesion of Polymeric Repair and Finish Materials for Reinforced Concrete Structures*. Nihon University, College of Engineering. Doctorate thesis.
11. Fiebrich, M.H. (1994) Influence of the surface roughness on the Adhesion between concrete and gunité mortars overlays, in *Proceedings of 2nd Bolomey Workshop, Adherence of young and old Concrete*, (ed. F.H. Wittman), Aedificatio Verlag, Unterengstringen, pp. 107-14.
12. Bijen, J. and Salet, T. (1994) Adherence of young concrete to old concrete. Development of tools in civil engineering, in *Proceedings of 2nd Bolomey Workshop, Adherence of young and old Concrete*, (ed. F.H. Wittman), Aedificatio Verlag, Unterengstringen, pp. 1-24.
13. Bijen, J. and Zhaos, S. (1995) Polymer Cement Concrete : a contribution to modelling of the microstructure, in *RILEM TC 113 Symposium on Properties and Test Methods for Concrete Polymer Composites*, (ed. D. Van Gemert), Koninklijke Vlaamse Ingenieursvereniging, Oostende, pp. 19-27.



14. Austin, S. and all. (1995) Tensile bond testing of Concrete repair. *Materials and Structures*, Vol. 28, N° 179, pp. 249-59.
15. Wiertz J. (1992) *Elaboration de couches d'adhérence entre produits de réparation et leurs supports destinés à la réparation des ouvrages en béton*. Contrat de recherche multimatériaux. Université de Liège, Laboratoire des Matériaux de Construction. Convention 1684. Région Wallonne.
16. Degeimbre, R. (1996) *Entretien, restauration et protection des constructions*. Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées, Service des Matériaux de Construction. Cours (GCIV 133-0).
17. Swamy, R.N. (1995) Durability of Concrete Composites with Polymers, in *VIIIth International Congress on Polymers in Concrete*, (ed. D. Van Gemert), Koninklijke Vlaamse Ingenieursvereniging, Oostende, pp. 21-6.
18. Comité Européen de Normalisation (1994) *Products and systems for the protection and repair concrete structures, Test methods. Pull-off test*. CEN, Bruxelles. prEN 1542.
19. Ohama, Y. and all. (1986) Adhesion of polymer modified mortars to ordinary cement mortar by different methods, in *Proceedings ISAP 86 Adhesion between polymers and concrete*, (ed. H.R. Sasse), Chapman and Hall, London, pp. 719-29.
20. Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais sur Matériaux (1995) *Method of test for adhesion of polymer modified mortar to cement mortar RILEM*, Paris. RILEM PCM-9.
21. Austin, S.A. and Robins, P.J. (1993) Development of a patch test to study the behaviour of shallow concrete patch repairs. *Concrete Research*, Vol. 45, N° 164, pp. 221-9.
22. Kuhlmann, L.A. (1990) Test method for measuring the bond strength of latex-modified concrete and mortar. *Mater. J. Amer. Concrete Institute*, Vol. 86, N° 4, pp. 387-94.
23. Rigo, J.M. (1995) *Surfaces, interfaces, adhésivité*. Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées, Service des Matériaux de Construction. Cours (GCIV 050-0).
24. Courard, L. and all (1995) Influence of composition of repairing mortars on adherence, in *VIIIth International Congress on Polymers in Concrete*, (ed. D. Van Gemert), Koninklijke Vlaamse Ingenieursvereniging, Oostende, pp. 119-24.
25. Courard, L. and all (1995) Influence of operating conditions and humidity on adherence of repair mortars, in *VIIIth International Congress on Polymers in Concrete*, (ed. D. Van Gemert), Koninklijke Vlaamse Ingenieursvereniging, Oostende, 3-5 July 1995, pp. 585-90.
26. Larbi, J. and Bijen, J.M. (1991) The role of the cement paste-aggregate interfacial zone on water absorption and diffusion of ions and gases in concrete, in *The Cement paste aggregate interfacial zone in concrete*, (ed. J.M. Bijen), Delft University of Technology, pp. 76-93.
27. Hilsdorf, H.K. (1992) Transport mechanisms and definitions, in *Performance criteria for concrete durability, RILEM Report 12*, (ed. J. Kropp and H.K. Hilsdorf), E. and F.N. Spon, pp. 4-14.

28. Nilsson, L.D. (1992) Relations between different transport parameters, in *Performance criteria for concrete durability, RILEM Report 12*, (ed. J. Kropp and H.K. Hilsdorf), E. and F.N. Spon, pp. 15-32.
29. Ollivier, J.P. (1992) Parameters influencing transport characteristics, in *Performance criteria for concrete durability, RILEM Report 12*, (ed. J. Kropp and H.K. Hilsdorf), E. and F.N. Spon, pp. 33-96.
30. Hilsdorf, H.K., Günter, M. and Haardt, P. (1994) Fracture mechanisms applications in the analysis of concrete repair and protection systems, in *Adherence of old and young concrete*, (ed. F.H. Wittman), Aedificatio Verlag, Unterengstringen, pp. 83-95.
31. Pereira, D.Y. (1996), On adhesion and stress in organic coatings, *Progress in organic coatings*, Vol. 28, pp. 21-3.
32. Comité Européen de Normalisation (1992) *Draft European Standard on Products and Systems for the Protection and Repair of Concrete Structures*, CEN/TC 104/WG8/TG2, Bruxelles, Draft EN YYY : Part 39.
33. Centre de Recherches Routières (1969) *Essai à la tache de sable. Détermination de la profondeur moyenne de nivellement des stries des revêtements en béton de ciment*, C.R.R., Bruxelles, MF 32/69.
34. Kinloch, A.J. (1987) *Adhesion and Adhesives : science and technology*, Chapman and Hall, London.
35. Rouxhet and all (1996) *Mécanismes de transfert aux interfaces dans les systèmes multimatériaux*, Université Catholique de Louvain. C.R.M.A. Chimie des interfaces. Contrat de recherche Multimatériaux. Région Wallonne.
36. Saucier, F. and all (1992) Etude de la déformabilité en traction d'un béton de réparation, *Materials and Structures*, Vol. 25, N° 150, pp. 335-46.
37. Cescotto, S. et Massonnet, Ch. (1980) *Mécanique des matériaux*, Sciences et Lettres, Liège.
38. Meynis, J.J. (1974) *Les colles et adhésifs, et leurs emplois industriels*, Ed. G. Le Prat, Paris.
39. Cameron, G.M. and Marsden, J.G. (1972) Silane coupling agents, *Chemistry in Britain*, Vol. 8, pp. 381-85.
40. Fliedner, Ch. (1995) Concrete protection with organosilicon compounds, in *VIIIth International Congress on Polymers in Concrete*, (ed. D. Van Gemert), Koninklijke Vlaamse Ingenieursvereniging, Oostende, pp. 603-10.
41. Smeka, A. (1936) *Die festigkeitseigenschaften fester Körper*, Springer, Berlin.
42. Gamski, K. (1970) Effets de rugosité et de porosité du support sur l'adhérence dans le cas du retrait empêché, *La Chimie des Peintures*, n° 4, Bruxelles.
43. Günter, M. and Hilsdorf, H.K. (1986) Stresses due to physical and chemical actions on concrete substrates. Adhesion between Polymers and Concrete : Bonding, Protection, Repair, in *Proceedings of an International RILEM Symposium*, Paris, pp. 8-21.
44. Gamski, K., Degeimbre, R. et Petit, D. (1973) Contribution à l'étude des composites à liants résineux, *Bulletin technique Polymères*, n° 3, INIEX.

45. Fernandes Canovas, M. *Behaviour of epoxy mortar coatings under changes of temperature*, Instituto Eduardo Torroja de la Construcción y del Cemento, pp. 275-95.
46. Klopfer, H. *Stresses and Deformations in Industrial-Screeds*, Universität Dortmund.
47. Meng, B. (1994) Resolution-dependent characterization of interconnected pore systems : development and suitability of a new method, *Materials and Structures*, Vol. 27, N° 166, pp. 63-70.
48. Tabor, D. (1981) Principles of adhesion - Bonding in cement and concrete. in *Adhesion problems in the recycling of concrete*, (Editor P. KREIJGER), NATO Scientific Affairs Division, pp. 63-90.
49. Comyn, J. (1992) Contact angles and adhesive bonding. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol. 12, N° 3, pp. 145-49.
50. Possart, W. and Kamusewitz, H. (1992) Some thermodynamic considerations concerning the usual interpretation of wetting on solids, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol. 12, N° 1, pp. 49-53.
51. Comyn, J., Brackley, D.C. and Harding, L.M. (1993) Contact angles of liquids on films from emulsion adhesives and correlation with the durability of adhesive bonds to polystyrene, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol. 13, N° 3, pp. 163-71.
52. Hewlett, P.C. and Pollard, C.A. (1975) A practical look at adhesion promoters and contact angles, in *Proceedings of Adhesion and Adhesives Conference*, City University.
53. Kamusewitz, H., and Possart, W. (1985) The static contact angle hysteresis obtained by different experiments for the system PTFE/water, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol. 5, N° 4, 1985, pp. 211-15.
54. Sasse, H.R. and Fiebrich, M. (1983) Bonding of polymer materials to concrete, *Matériaux et Constructions*, Vol. 16, N° 94, pp. 293-301.
55. Possart, W. and Kamusewitz, H. (1993) The thermodynamics and wetting of real surfaces and their relationship to adhesion, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol. 13, N° 2, pp. 77-84.
56. Gutowski, W. (1987) The relationship between the strength of an adhesive bond and the thermodynamic properties of its components, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol. 7, N° 4, pp. 189-98.
57. Silfwerbrand, J. (1990) Improving Concrete Bond in Repaired Bridge Decks, *Concrete International*, Vol. 12, N° 9, pp. 61-6.
58. Pirard, E. (1990) Applications of shape Analysis in ore beneficiation. Process Mineralogy IX, The Minerals, Metals & Materials Society.
59. Comité Européen de Normalisation (1995) *Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Méthodes d'essais - Bétons de référence pour essais*, CEN, Bruxelles. prEN 1766.
60. Oztekin, E. (1987) La résistance du béton en relation avec la résistance du mortier et de l'adhérence mortier-granulat, in *Proceedings of the First International RILEM Congress on Pore Structure and Materials Properties*, volume 1, (ed. J.C. MASO), Chapman and Hall, New York, pp. 210-17.

61. Gutowski, W. (1985) Physico-chemical Criteria for Maximum Adhesion. Part I: Theoretical Concepts and Experimental Evidence, *Journal of Adhesion*, Vol. 19, pp. 29-49.
62. Gutowski, W. (1985) Physico-chemical Criteria for Maximum Adhesion. Part II: A new Comprehensive Thermodynamic Analysis, *Journal of Adhesion*, Vol. 19, pp. 51-70.
63. Harkins, W.D. and Jordan, H.F. (1930) A method for the determination of surface and interfacial tension from the maximum pull on a ring, *Journal of American Chemical Society*, Vol. 52, pp. 1751-72.
64. Atzeni, C. and all (1987) Effect of pore distribution on strength of hardened cement pastes, in *First International RILEM Congress on Pore Structure and Material Properties*, volume 1, (ed. J.C. MASO), Chapman and Hall, New York, pp. 195-202.
65. Sander, M. (1992) *Pratique de la mesure d'état de surface*, Feinprüf Perthen GmbH, Göttingen.
66. Huque, J.P. (1995) *Qualification tribologique de traitements de surface améliorant la tenue des pièces mécaniques soumises au frottement et à l'usure*. Université de Liège, Laboratoire d'Eléments de Machine et Tribologie. Convention FIRST n° 2326, Région Wallonne.
67. Moes, A. (1994) *Le mesurage profilométrique tri-dimensionnel*, MECAMOD 94, cours de formation COMETT, Auxerre.
68. Contet, P. (1994) Analyse des états de surface : état actuel de la normalisation, MECAMOD 94, cours de formation COMETT, Auxerre.
69. Lecloux, A. (1981) Texture of catalysts. *Catalysis : Science and Technology* (ed. J.R. Anderson and M. Boudart), Springer Verlag, Berlin, pp. 171-227.
70. Elsen, J., Lens, N. and Gerard, R. (1993) Gélimité des mortiers de maçonnerie dans les façades en briques, *C.S.T.C. Magazine*, Vol. N° 3, pp. 3-11.
71. Kresse, P. (1990) Calculating the capillary Radius and Surface Roughness of Concrete by means of the Hager-Poiseuille law, *Concrete Precasting Plant and Technology*, Issue 2/1990, pp. 72-8.
72. Beiser, A. (1978) *Physics*, Benjamin Cummings Publishing Company, 2nd Edition, Menlo Park (CA).
73. Marien, J. (1996) *Physicochimie des interfaces*. Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées, Service de Chimie générale et Chimie physique. Cours (CHIM 072-0).
74. Pirard, J.P. (1996) *Physicochimie des matériaux poreux*. Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées, Service de Génie Chimique et Chimie-Physique appliquée. Cours (CHIM 069-0).
75. Minnen, P. (1996) *Aspects scientifiques et technologiques de la fabrication des matériaux silicatés*. Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées, Service de Matériaux inorganiques. Cours (CHIM 016-0).
76. Porosimètre Carlo ERBA (1995), *Manuel d'utilisation pratique*, Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées, Service de Génie Chimique et de Chimie-Physique appliquée.
76. Contrat de programme de recherche PIRMAT-ATILH (1994) *Matériaux granulaires cohésifs : Liants hydrauliques*, Annales des Ponts et Chaussées, N° 71.

77. Chatterji, S. and Jensen, A.D. (1992) Formation and development of interfacial zones between aggregates and Portland cement pastes in cement-based materials, in *Interfaces in cementitious composites. Proceedings of the RILEM International Conference*, (ed. J.C. Maso), E. and F. Spon, London, pp. 3-12.
78. Husson, B. et Carles-Gibergues, A. (1992) Influence de l'origine des cendres volantes employées comme ajouts sur l'auréole de transition des bétons hydrauliques qui en renferment, in *Interfaces in cementitious composites. Proceedings of the RILEM International Conference*, (ed. J.C. Maso), E. and F. Spon, London, 1992, pp. 43-52.
79. Bentur, A. and Odler, I. (1996) Development and nature of interfacial microstructure, in *Interfacial transition zone in concrete. RILEM Report 11*, (ed. J.C. Maso), E. and F. Spon, London, pp. 18-44.
80. Mindess, S. (1996) Tests to determine the mechanical properties of the interfacial zone, in *Interfacial transition zone in concrete. RILEM Report 11*, (ed. J.C. Maso) E. and F. Spon, pp. 47-63.
81. Mindess, S. (1987) Bonding in Cementitious Composites : How important is it ? in *Bonding in Cementitious Composites*, (ed. S. Mindess and P.S. Shah), Materials Research Society, Pittsburgh, pp. 3-10.
82. Struble, L. (1987) Microstructure and fracture at the cement paste-aggregate interface, in *Bonding in Cementitious Composites*, (ed. S. Mindess and P.S. Shah), Materials Research Society, Pittsburgh, pp. 11-20.
83. Scrivener, K. and all. (1987) Microstructural gradients in cement paste around aggregate particles, in *Bonding in Cementitious Composites*, (ed. S. Mindess and P.S. Shah), Materials Research Society, Pittsburgh, pp. 77-85.
84. Wang, J. (1987) Mechanism of orientation of  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  crystals in interface layer between paste and aggregate in systems containing silica fume, in *Bonding in Cementitious Composites*, (ed. S. Mindess and P.S. Shah), Materials Research Society, Pittsburgh, pp. 127-32.
85. Mehta, P.K. and Monteiro, J.M. (1987) Effect of aggregate, cement and mineral admixtures on the microstructure of the transition zone, in *Bonding in Cementitious Composites*, (ed. S. Mindess and P.S. Shah), Materials Research Society, Pittsburgh, pp. 65-75.
86. Odler, I. and Zurz, A. (1987) Structure and bond strength of cement-aggregate interfaces, in *Bonding in Cementitious Composites*, (ed. S. Mindess and P.S. Shah), Materials Research Society, Pittsburgh, pp. 21-7.
87. Monfort, F. (1981) *Eléments du calcul des probabilités et des méthodes statistiques*, Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées, Service de Probabilités et Statistiques. Cours.
88. International Standard Organisation (1975) *Statistical interpretation of data. Comparison of two means in the case of paired observations*, ISO, Switzerland, ISO 3301.
89. Baudoin, S. (1997) *Etude de l'influence des caractéristiques du support sur la qualité d'une réparation*, Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées. Travail de fin d'études.
90. Perry, J.H. (1950) *Chemical Engineer's Handbook*, MacGraw-Hill Book Company, New York.

91. Grandet, J. and all. (1982) Nouvelle méthode d'étude des interfaces ciment-granulat, in *VII Congrès international sur la chimie des ciments*, Paris, Volume III, pp. 85-9.
92. Maso, J.C. (1982) La liaison entre les granulats et la pâte de ciment hydraté, in *VII Congrès international sur la chimie des ciments*, Paris, Volume III, sous-thème 1, pp. 1/3 – 1/14.
93. Page, C.L. (1992) Nature and properties of concrete in relation to reinforcement corrosion, in *The Corrosion of steel in concrete*, Course given in IBAC, Aachen, 17-19 February 1992, COMETT.
94. Campus, F. (1968) Rapport d'ensemble relatif aux essais et observations effectués sur des éprouvettes de mortiers et de bétons pendant une durée de 30 ans (1934-1964), dont un grand nombre ont été immergées en permanence dans la Mer du Nord à Oostende, *Mémoires CERES (nouvelle série)*, N° 24, pp. 7-129
95. Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais des Matériaux (1995) *Method of test for flexural strength and deflection of polymer-modified mortar*, RILEM TC 113 Symposium on Properties and Test methods for Concrete – Polymer composites, (ed. D. Van Gemert), Koninklijke Vlaamse Ingenieursvereniging, Oostende, RILEM PCM-8, pp.183-84.
96. Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais des Matériaux (1995) *Method of test for compressive strength and static elastic modulus of polymer-modified mortar*, RILEM TC 113 Symposium on Properties and Test methods for Concrete – Polymer composites, RILEM, Paris, RILEM PCM-6, pp. 183-84.
97. Longuet, P. and all. (1973) La phase liquide du ciment hydraté, *Revue des Matériaux de Constructions et de Travaux Publics. Section Ciments/Bétons*, Tome 676, pp. 35-41.
98. Baroghel-Bouny, V. (1994) *Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons : méthodes, analyses, interprétations*, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.
99. Rigo, J.M. (1985) *Matériaux de Construction non-métalliques, tome II*. Université de Liège, Faculté des Sciences Appliquées, Service des Matériaux de Construction. Cours (GCIV 015-0).
100. BETONIEK, *Stichting betonprisma*, Vereniging Nederlandse Cementindustrie, 08/09/1997 (10-28).
101. Union Belge pour l'Agrément Technique dans la Construction (1995) *Mortiers de ragréage à base de liants hydrauliques*, UBAtc, Bruxelles, Guide d'agrément n° G0007.
102. Vernet, Ch. (1997) Réunion de travail et visite des laboratoires Bouygues à Saint-Quentin en Yvelines.
103. Afridi, M.U.K. and all (1993) A note on the formation of Ca(OH)<sub>2</sub> crystals in polymer-modified mortars. *Cement and Concrete Research*, Vol. 23, N° 2, Pergamon Press Ltd, New York, pp. 484-5.
104. Jouenne, C.A. (1980) *Traité de céramique et matériaux minéraux*, Ed. Septima, Paris.
105. Huberty, J.M. et Huberty, M. (1995) *Memento Ciments Bétons*, Ed. F. Latteur, Febelcem.
106. Permeability testing on site concrete. A review of methods and experience. *Concrete Society Technical Report*, N° 31, Concrete Society Working Party, London (1987).