Influence d'« éco-produits » réducteurs de retrait sur les caractéristiques des mortiers

Sébastien CORNAC* — Claire OMS-MULTON* — Gilles ESCADEILLAS* — Pascale DE CARO**

** Laboratoire Matériaux et Durabilité des Construction*
UPS – INSA de Toulouse
135, av. de Rangueil
31077 TOULOUSE Cedex 4

oms@insa-toulouse.fr

*** Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle*
UMR 1010 INRA/INPT ENSIACET
118 route de Narbonne
31077 TOULOUSE Cedex 4

RÉSUMÉ. *De nombreux produits anti-retrait disponibles sur le marché sont à base d'éthylène-glycol, un produit nocif pour l'environnement. Trois additifs à faible impact environnemental ont été testés (métakaolin, poudre de verre, glycérol) afin d'évaluer leur impact sur le retrait et sur les caractéristiques mécaniques des mortiers. Le métakaolin à fort dosage (20%, 40%) permet de limiter le retrait total tout en améliorant la résistance en compression des mortiers. Le glycérol permet de réduire le retrait endogène et le retrait total mais conduit à une légère baisse des performances mécaniques des mortiers.*

ABSTRACT. *Many manufactured products used to reduce shrinkage are based on ethylen-glycol, a toxic product for the environment. Three additives with low environmental impact (metakaolin, glass powder, glycerol) have been tested to study their impact on shrinkage and mechanical characteristics of mortar. Results showed that the total shrinkage is reduced for mortar containing 20% and 40% of metakaolin and, more, that the mechanical characteristics are improved. Glycerol reduces total and endogenous shrinkage but also reduces slightly mechanical performances of mortar.*

MOTS-CLÉS : *métakaolin, glycérol, poudre de verre, retrait, retrait endogène .*

KEYWORD : *metakaolin, glycerol, glass powder, shrinkage, autogenous shrinkage .*

1. Introduction

La protection de l'environnement est une préoccupation majeure qui se traduit, dans le milieu du génie civil, par la recherche de nouveaux procédés de construction ou de nouveaux produits à faibles impacts environnementaux. Si, par ailleurs, ces éco-produits amélioraient les propriétés d'usage des bétons actuels ou diminuaient la sinistralité, leur développement devrait être assuré. Dans cette optique, réduire voire supprimer la fissuration des bétons est un objectif important aussi bien du point de vue de la durabilité que de l'esthétique des ouvrages. Le retrait, au sens large du terme, est la première cause de fissuration. Les solutions proposées pour limiter le retrait sont essentiellement de deux types : appliquer une cure efficace aux bétons jeunes, ce qui est rarement le cas dans la pratique, ou utiliser des produits compensateurs de retrait, ce qui est encore très peu répandu. De plus, du point de vue environnemental, ces solutions ne sont pas toujours idéales car de nombreux produits sont à base de dérivés d'éthylène glycol, et sont donc classés nocifs suivant la classification européenne. Ainsi, le développement et l'utilisation de produits à faible impact environnemental comme agents limiteurs de retrait permettraient d'inscrire l'industrie du bâtiment dans une démarche de type développement durable.

L'objectif de cette étude préliminaire est d'évaluer le rôle d'éco-produits limiteurs de retrait sur les propriétés mécaniques et physiques des mortiers. Pour cela nous avons mené une étude comparative entre un mortier de référence, un mortier avec un agent anti-retrait commercial et cinq mortiers contenant des éco-produits.

2. Programme expérimental

2.1. *Choix des éco-produits*

Deux produits minéraux (métakaolin et poudre de verre d_{50}=16mm) et un produit organique (glycérol $C_3H_8O_3$ à 98%) ont été testés à différents dosages dans le but de mettre en évidence des effets réducteurs de retrait (Cornac, 2005). Les compositions chimiques des produits testés sont données dans le Tableau 1.

Ces produits ont été retenus à priori en fonction d'effets spécifiques présentés dans la littérature. D'après (Brooks *et al*., 2001 ; Wild *et al*., 1998) les mortiers dont une part importante du ciment a été substituée par du métakaolin (au-delà de 10% à 15%) présentent une réduction du retrait significative, liée à la formation de composés expansifs. L'utilisation de poudre de verre de faible granulométrie (diamètre moyen des particules inférieur à 38 μm) permet également de produire des composés expansifs (Shao *et al*., 2000 ; Shi *et al*., 2004) susceptibles de compenser le retrait. Enfin, le glycérol permet de modifier les propriétés interfaciales de l'eau (Koseoglu, 2006). Cette propriété du glycérol pourrait limiter les tensions

hydrostatiques dans les capillaires lorsqu'il y a consommation ou évaporation d'eau et réduire ainsi les fissurations et le retrait.

	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	SO_3	Perte au feu
Métakaolin	58.10	35.14	1.21	1.15	0.20	0.07	1.05	0.03	1.85
Poudre de verre	70.0	2.2	1.6	10.7	1.3	11.3	0.6	--	--
Ciment	18.69	5.46	2.39	62.98	3.23	0.13	0.72	3.04	1.14

Tableau 1. ***Composition chimique massique (en %) des produits minéraux***

2.2. *Méthodes*

L'étude a été réalisée sur des éprouvettes 4x4x16 cm^3 de mortier, confectionnées suivant la norme NF EN 196-1, en maintenant le dosage en ciment constant pour éviter les phénomènes de dilution : les différents produits testés ont donc été introduits en remplacement d'une masse équivalente de sable.

Un mortier normal a été réalisé (E/C =0.5, S/C = 3) afin de servir de référence à nos essais. Deux dosages ont été testés pour le métakaolin en introduisant 20% et 40% de la masse de ciment, deux dosages ont été testés pour la poudre de verre (15% et 30% de la masse de ciment) et un dosage a été testé pour le glycérol (1% de la masse de ciment) ainsi que pour un agent anti-retrait commercial à base d'éthylène-glycol (2% de la masse de ciment). Le ciment utilisé est un CEM I 52,5 R réputé pour avoir un retrait important (sa composition est donnée dans le Tableau 1). Enfin, un superplastifiant a été utilisé afin d'assurer une maniabilité équivalente à la maniabilité du mortier de référence (8s ± 2s, mesurée au maniabilimètre LCL). Les caractéristiques suivantes ont été étudiées au cours du temps, en comparaison avec le mortier de référence : résistance mécanique en flexion et compression (à 1 jour, 7 jours et 28 jours), retraits endogènes et total (suivi sur 1 an), porosité ouverte, absorption par capillarité.

Les mesures de retrait endogène et de retrait total ont été réalisées à partir de 18h après le début du malaxage. Une fois démoulées, les éprouvettes ont été conservées dans une salle maintenue à 20°C et 50% d'hygrométrie relative (éprouvettes scellées pour le retrait endogène). Les éprouvettes destinées aux mesures de résistances mécaniques ont été conservées dans l'eau dès leur démoulage.

La porosité ouverte a été mesurée par saturation sous vide suivant la procédure AFGC-AFREM (AFREM, 1997). En complément, une mesure d'absorption d'eau par capillarité a été réalisée : le principe de cet essai consiste à placer un échantillon de mortier dans 3mm d'eau (le niveau d'eau est maintenu constant grâce à un trop-plein) et de mesurer les variations massiques de cet échantillon au cours du temps

(les échantillons sont préalablement séchés à 80°C jusqu'à stabilisation du poids et les faces latérales sont recouvertes d'aluminium étanche). Le coefficient d'absorption d'eau par capillarité est ensuite déterminé par la relation [1] :

$$C_t = (M_t - M_0)/A \qquad [1]$$

avec Mt : masse de l'échantillon à l'instant t (en kg), M_0 : masse de l'échantillon après stabilisation du poids à l'instant t = 0 (en kg) et A : section d'échantillon en contact avec l'eau (en m^2).

3. Résultats

3.1. *Evolution de la résistance mécanique en compression*

Les résultats des mesures de résistance en compression et en flexion des différentes compositions sont donnés dans le Tableau 2.

		Compression			Flexion
Temps		1 j	7 j	28 j	28 j
Témoin		24,0 ± 0,8	51,6 ± 1,9	57,1 ± 3,2	7,9 ± 0,7
Ethylène glycol	(2%)	16,2 ± 0,9	38,9 ± 2,6	49,3 ± 2,5	6,7 ± 0,3
Métakaolin	(20%)	24,5 ± 2,1	51,0 ± 1,6	63,9 ± 3,8	8,2 ± 0,4
	(40%)	45,8 ± 2,4	68,5 ± 0,6	82,2 ± 1,8	10,4 ± 0,1
Poudre de verre	(15%)	31,1 ± 1,5	45,1 ± 3,1	50,3 ± 7,1	8,1 ± 0,4
	(30%)	29,9 ± 3,0	53,6 ± 1,5	62,6 ± 1,2	7,9 ± 0,3
Glycérol	(1%)	18,1 ± 0,7	46,3 ± 0,8	49,0 ± 3,8	7,5 ± 0,1

Tableau 2. ***Résistances en compression et en flexion pour différentes compositions (en MPa)***

A la lecture du tableau, on constate que :

- l'introduction de l'agent anti-retrait commercial affecte les résistances mécaniques (chute de 15% de la résistance en compression à 28 jours) ;

- l'addition de 40% de métakaolin conduit à une augmentation des résistances mécaniques ;

- l'addition de poudre de verre conduit à une différence de comportement selon son dosage : à faible dosage (15%), elle diminue les résistances alors qu'à plus fort dosage (30%), elle les améliore ; on constate qu'à 1 jour, la poudre de verre améliore la résistance en compression quelque soit le dosage ce qui semble indiquer que la poudre de verre influe sur la cinétique d'évolution de la résistance du mortier ;

- l'introduction de 1% de glycérol diminue les propriétés mécaniques du mortier de référence. Les valeurs obtenues à 28 jours sont similaires à celles déterminées sur le mortier contenant l'agent anti-retrait commercial.

3.2. *Evolution du retrait*

Les évolutions du retrait endogène en fonction du temps sont présentées dans la Figure a. pour les différentes compositions en comparaison avec le mortier témoin (noté MN) et le mortier avec agent anti-retrait commercial (MEG).

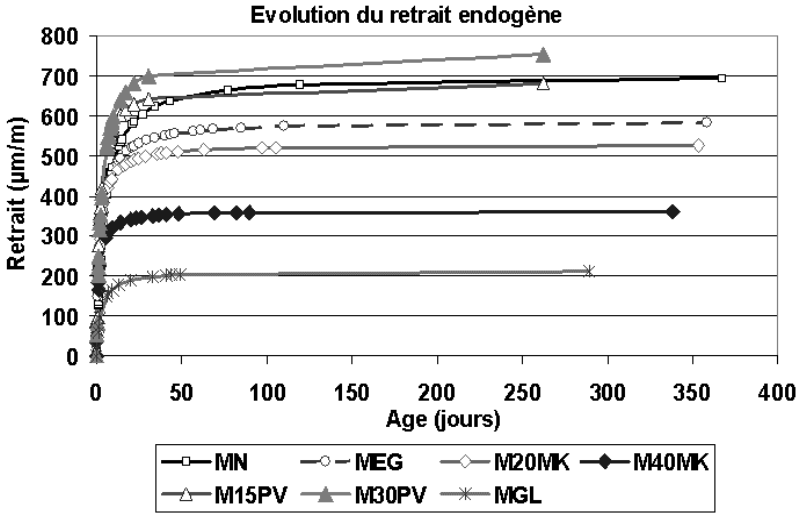

Figure a. ***Evolution du retrait endogène***

On observe que :

- l'addition de métakaolin (notés M20MK et M40MK pour une addition respectivement de 20% et 40% de la masse de ciment) permet d'avoir une action anti-retrait importante surtout à fort dosage ;

- l'addition de poudre de verre (notés M15PV et M30PV pour une addition respectivement de 15% et 30% de la masse de ciment) n'améliore pas le retrait endogène des mortiers et, au contraire, augmente sa cinétique à court terme ;

- -l'addition de 2% d'éthylène glycol influence peu le retrait endogène, on note une baisse du retrait endogène d'environ 15% au-delà de 80 jours de suivi ;

- l'introduction de 1% de glycérol (noté MGL) permet de réduire de près de 60% le retrait endogène à 50 jours ; cette tendance reste valable à plus long terme.

Les évolutions du retrait total (présentées dans la Figure b) font apparaître que :

- l'éthylène glycol et le glycérol limitent le retrait total de manière significative, respectivement de 30% et 25% à long terme ;

- un fort dosage en métakaolin (40%) permet de limiter le retrait total d'environ 20% à long terme ;

- la poudre de verre, aux deux dosages testés, a une influence défavorable sur le retrait total à court terme. A long terme, on observe un retrait total proche du mortier de référence.

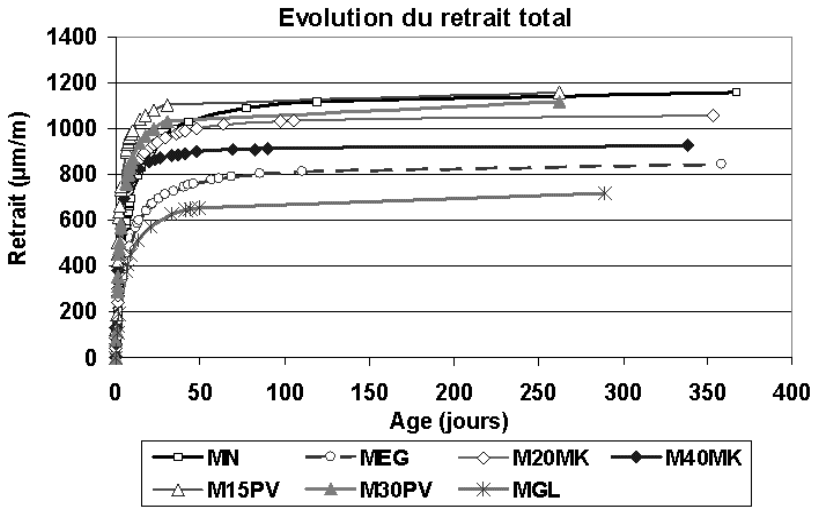

Figure b. ***Evolution du retrait total***

3.3. *Mesure de la porosité et d'absorption d'eau par capillarité*

La mesure d'absorption d'eau par capillarité et de la porosité sont fortement corrélées, les forces capillaires qui entrent en jeu dans l'absorption étant fonction de la taille et du nombre des pores accessibles à l'eau. Les résultats des mesures sont présentés dans le Tableau 3. On constate ainsi que, par rapport au mortier témoin :

- l'agent anti-retrait commercial réduit la porosité et le coefficient d'absorption par capillarité tandis que le glycérol n'a aucune influence sensible sur ces deux

mesures. Ce résultat est cohérent avec l'hypothèse selon laquelle le glycérol influence modifie les qualités de l'eau contenue dans les pores mais ne joue pas sur la matrice cimentaire elle-même ;

- L'ajout de métakaolin diminue de manière significative la porosité ouverte du mortier et cette diminution est d'autant plus forte que l'ajout est important. De même le coefficient d'absorption par capillarité à 24h diminue fortement avec l'ajout de métakaolin. Ceci peut s'expliquer par les propriétés expansives de certains hydrates liés à la présence du métakaolin (aluminates de calcium). L'ajout de poudre de verre augmente la porosité ouverte mais fait diminuer le coefficient d'absorption capillaire ce qui semble indiquer que les diamètres des pores sont plus grands que pour le mortier de référence.

	Témoin	Ethylène	Métakaolin		Poudre verre		Glycérol
		glycol (2%)	(20%)	(40%)	(15%)	(30%)	(1%)
Porosité	15.2	14.2	11.3	10.2	16.9	17.5	15.7
C_{24h}	7.1	5.3	2.4	1.9	6.4	5.8	6.8

Tableau 3. ***Porosité ouverte (%) et coefficient d'absorption d'eau par capillarité (kg/m^2) pour différentes compositions***

4. Conclusions

L'introduction de différents produits dans des mortiers à teneur en ciment constante en vue de limiter leurs retraits ont conduit à des résultats divers :

- le métakaolin à fort dosage limite efficacement le retrait et contribue de plus à améliorer considérablement les résistances mécaniques des mortiers. Ces observations peuvent s'expliquer par la réactivité pouzzolanique du métakaolin et le fait que certains hydrates obtenus (aluminates de calcium) ont un caractère légèrement expansif (Courard *et al*., 2003) qui compense les variations dimensionnelles dues au retrait ;

- les deux dosages réalisés avec de la poudre de verre n'améliorent pas les performances des mortiers au niveau des déformations différées. De plus, seul le dosage à 30% permet de maintenir les performances mécaniques à 28 jours au niveau du mortier de référence ;

- l'éthylène glycol commercial est très efficace sur le retrait total mais peu sur le retrait endogène. Cependant, il amène une baisse d'environ 15% sur les performances mécaniques ;

- le glycérol est efficace sur le retrait endogène et sur le retrait total : une partie de son efficacité est probablement liée à ses propriétés mouillantes qui induisent une modification de la tensions interfaciale avec l'eau (Pease *et al*., 2005). Son rôle

bénéfique sur le retrait endogène, non observé pour l'agent anti-retrait commercial, n'est pas encore entièrement éclairci. Cependant, il entraîne une baisse des performances mécaniques équivalente à l'éthylène glycol commercial.

On constate ainsi qu'il est possible d'optimiser les formulations de mortiers sur les plans mécaniques et/ou dimensionnels en introduisant certains éco-produits. En effet, du point de vue environnemental, le métakaolin, argile calcinée qui ne conduit pas lors de sa fabrication à la libération directe de gaz à effet de serre, et le glycérol, co-produit d'origine naturelle issu de la transformation des huiles végétales, sont de « bons candidats » à l'approche développement durable dans la construction.

Des essais sont en cours pour étudier l'impact de la combinaison de ces produits en remplacement d'une partie du ciment et la généralisation aux bétons.

5. Bibliographie

AFREM (1997), « Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau : mode opératoire recommandé », *Compte rendu des journées techniques AFGC-AFREM Durabilité des bétons*, Toulouse, p. 121-124.

J.J Brooks, M.A. Megat Johari (2001), « Effect of metakaolin on creep and shrinkage of concrete », *Cement and Concrete Composites*, 23 (2001), pp 495-502.

S. Cornac (2005), « Amélioration de la qualité environnementale des mortiers », *Mémoire de stage Master Recherche MIS-MSE*, ENS de Cachan, 45p.

L. Courard, A. Darimont, M. Sschouterden, F. Ferauche, X. Willem, R. Degeimbre (2003), « Durability of mortars modified with metakaolin », *Cement and Concrete Research*, 33 (2003), pp 1473-1479.

S. Koseoglu (2006), « Glycerol Production and Utilization », Practical Short Courses on Biodiesel : Market, Trends, Chemistry and Production.

B. Pease, H. Shak, J.Weiss (2005), « Shrinkage behavior and residual stress development in mortar containing shrinkage reducing admixtures (SRA's) », *International Conference on Advances in Concrete composites and Structures (ICACS),* Chennai, India, January 2005.

Y. Shao, T. Lefort, S. Moras, D. Rodriguez (2000), « Studies on concrete containing ground waste glass », *Cement and Concrete Research*, 30 (2000), pp 91-100.

C. Shi, Y. Wu, C. Riefler, H. Wang, (2004), « Characteristics and pozzolanic reactivity of glass powders », *Cement and Concrete Research*, 33 (2004), pp 1473-1479.

S. Wild, J.M. Khatib, L.J. Roose (1998), « Chemical shrinkage and autogenous shrinkage of Portland cement-metakaolin pastes », Advances in Cement Research, 10 (1998), pp 109-119.