



HAL
open science

Résistance des mortiers résine époxy/sable recyclé à la diffusion des ions chlorures

Amal Bourguiba, Elhem Ghorbel, Wadia Dhaoui

► **To cite this version:**

Amal Bourguiba, Elhem Ghorbel, Wadia Dhaoui. Résistance des mortiers résine époxy/sable recyclé à la diffusion des ions chlorures. Rencontres Universitaires de Génie Civil, May 2015, Bayonne, France. hal-01167678

HAL Id: hal-01167678

<https://hal.science/hal-01167678>

Submitted on 24 Jun 2015

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

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

Résistance des mortiers résine époxy/sable recyclé à la diffusion des ions chlorures

Amal Bourguiba^{1,2}, Elhem Ghorble¹, Wadia Dhaoui²

¹ Université de Cergy Pontoise, 5Mail Gay-Lussac, Neuville sur Oise, 95031, Cergy Pontoise Cedex.

² Faculté des Sciences de Tunis, Université Tunis El Manar. Le Campus Universitaire, Tunis El Manar, 2092 Tunis, Tunisie.

bourguibaamal@hotmail.com, elhem.ghorbel@u-cergy.fr, wadia.ammar@planet.tn.

RÉSUMÉ. Ce travail a pour objet d'étudier la possibilité d'utiliser du sable recyclé pour élaborer un mortier à base de résine époxyde résistant mécaniquement et durable vis-à-vis de la diffusion des ions chlorures. Des études comparatives ont été réalisées sur mortiers hydrauliques normalisés et époxyde/sable normalisé. L'effet de l'incorporation d'un diluant, l'octanoate de méthyle, sur l'ouvrabilité, les propriétés mécaniques et la durabilité des mortiers de résine a été analysé. Il ressort de cette étude que les mortiers de résine étudiés présentent une ouvrabilité qui s'améliore avec l'augmentation du pourcentage de résine et avec l'ajout du diluant. La substitution totale du sable normalisé par le sable recyclé altère cette propriété. Les mortiers de résine présentent une porosité plus faible que le mortier hydraulique, de meilleures caractéristiques mécaniques et une meilleure résistance à la diffusion des ions chlorures quelque soit la nature du sable. La substitution totale du sable normalisé par du sable recyclé n'affecte pas de façon significative les propriétés mécaniques des mortiers de résine à pourcentage de liant identique (20%). Cependant elle provoque une légère diminution de la résistance à la diffusion des ions chlorure imputée à une porosité totale accessible à l'eau plus élevée pour le mortier à sable recyclé. De même la migration de ces ions dans le mortier diminue avec l'augmentation du pourcentage de résine, diminution attribuée à la diminution de la porosité totale. L'ajout d'un diluant affecte le coefficient de diffusion apparent.

ABSTRACT. This work aims to study the possibility of using recycled sand to prepare an epoxy resin mortar mechanically resistant and durable against chloride ions diffusion. Comparative studies were performed on standardized hydraulic mortar and epoxy / standardized sand. The effect of the incorporation of a diluent, methyl octanoate, on the workability, mechanical properties and durability of the resin mortar was analyzed. It appears from this study that investigated resin mortars have a workability which improves with the increase in the percentage of resin and with the addition of diluent. The total substitution of standardized sand by recycled sand alters this property. The resin mortar have a lower porosity than the hydraulic mortar, better mechanical properties and better resistance to chloride ions diffusion regardless of sand nature. The total substitution of standardized sand by recycled sand does not significantly affect the mechanical properties of resin mortars having the same binder percentages (20%). However, it causes a slight decrease in the resistance to chloride ions diffusion attributed to a higher total porosity accessible to water for recycled sand mortar. Similarly, the migration of these ions into mortar decreases with increasing the resin percentage, decrease attributed to the lowering of total porosity. Diluent addition affects the apparent diffusion coefficient.

MOTS-CLÉS : Mortier de résine, sable recyclé, mortier normalisé, résistances mécaniques, diffusion des ions chlorures.

KEY WORDS : Resin mortar, recycled sand, standardized mortar, mechanical resistances, chloride ions diffusion.

1. Introduction

La durabilité constitue l'une des préoccupations essentielles dans la conception, la réalisation ou l'entretien des ouvrages de génie civil. La corrosion des armatures est la principale cause de dégradation des structures en béton armé ; elle est aussi la plus importante en termes de coûts de réparation. La pénétration d'agents agressifs dans le béton, notamment les ions chlorures en environnement marin, conduit à l'amorçage et au développement du processus de corrosion. Cette problématique représente un enjeu technologique et économique important et pousse les maîtres d'ouvrages à chercher des solutions rapides et efficaces pour prolonger la durée de vie de leurs ouvrages et optimiser les coûts de maintenance et de réparation. Parmi ces solutions figure la réparation par mortier. Cette méthode nécessite la maîtrise de mise en œuvre et l'étude de la durabilité des mortiers de réparation. Il existe trois catégories de ces mortiers à savoir des mortiers classiques, mortiers modifiés par des polymères et des mortiers à base de résines. Dans ce travail, effectué dans le cadre d'un projet CMCU PHC-Utique (Campus France), plusieurs mortiers de résine époxy ont été formulés en faisant varier le pourcentage de résine et le type de sable (sable normalisé et sable recyclé). Un diluant a été introduit dans la composition des mortiers dans le but d'améliorer leur mise en œuvre. A l'état durci les résistances mécaniques, la porosité accessible à l'eau et la durabilité vis-à-vis de la diffusion des ions chlorures ont été étudiés en fonction de la composition du mortier. Les résultats obtenus ont été comparés à ceux du mortier hydraulique normalisé.

2. Matériaux et méthodes expérimentales

2.1. Matériaux

La résine utilisée dans ce travail est un système époxy-amine (Eponal 371) fournie par BOSTIK (France). Elle est constituée d'un diglycidyl éther de bisphénol A et d'un durcisseur à base d'amine aliphatique. Ces composants ont été mélangés avec un rapport massique de 100:60 (résine:durcisseur) selon les recommandations du fabricant.

Le diluant utilisé pour diminuer la viscosité de la résine et améliorer ainsi l'ouvrabilité du mortier est l'octanoate de méthyle (Aldrich). Il a été ajouté à un pourcentage massique de 5% par rapport à la masse totale du mortier [BOU 14].

Deux types de sables ont été utilisés pour la formulation des mortiers de résine : un sable normalisé et un autre recyclé (fourni par le PN Recybeton). L'analyse granulométrique de ces charges minérales est représentée sur la figure 1.

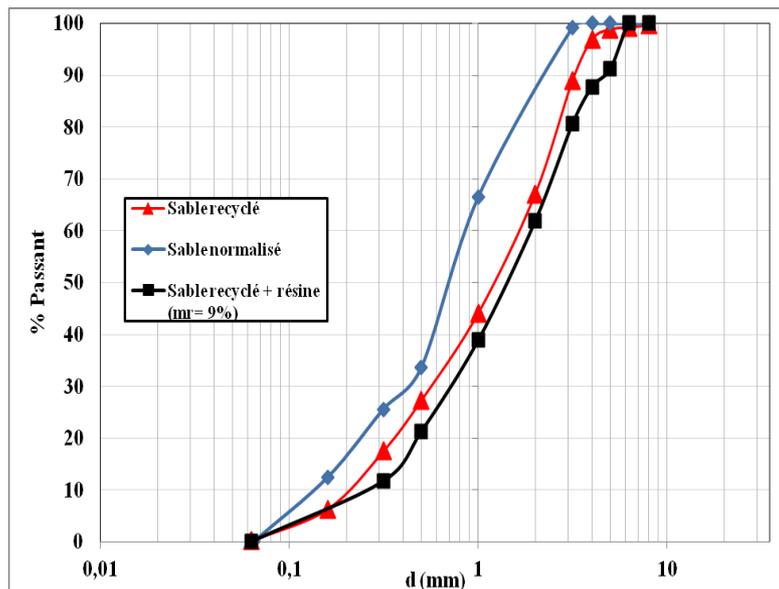


Figure 1. Analyse granulométrique des sables normalisé et recyclé.

Différentes formulations de mortiers ont été étudiées en faisant varier le pourcentage de résine (9%, 12% et 20%) par rapport à la masse totale du mortier ainsi que le type de sable.

Un mortier hydraulique normalisé a été fabriqué selon la norme NF EN 196-1 dans le but de comparer sa résistance à la diffusion des ions chlorures avec celles des mortiers de résine.

2.2. Méthodes expérimentales

2.2.2. Mesure de la porosité accessible à l'eau (NF P 18-459, [NF P 18-459, 10])

La porosité a été mesurée sur des éprouvettes cylindriques (110 mm de diamètre et 30 mm de hauteur) à l'âge de 28 jours. Chaque mesure a été répétée trois fois. Cet essai nécessite l'utilisation d'une étuve ventilée maintenue à une température de $105 \pm 5^\circ\text{C}$, d'un appareillage à vide (dessiccateur + pompe) capable de maintenir la pression à une valeur inférieure ou égale à 25 mbar et d'une balance hydrostatique d'une précision de 0,01% de la masse du corps d'épreuve. L'essai consiste à mettre les échantillons sous vide pendant 4h, à introduire progressivement le liquide d'imbibition (pour une durée de 15 min) et à maintenir cette pression réduite pendant 44h. A la fin de cette étape, une pesée hydrostatique des échantillons est réalisée suivie d'une pesée dans l'air (masse saturée surfaces sèches). Pour déterminer la masse sèche, les échantillons sont conservés à 105°C jusqu'à obtention d'une masse constante. La valeur de la porosité est obtenue par la formule suivante:

$$P = \frac{M_{sss} - M_s}{M_{sss} - M_{eau}} \times 100 \quad [1]$$

Où M_{sss} est la masse saturée surfaces sèches, M_s la masse sèche et M_{eau} la masse dans l'eau.

2.2.3. Diffusion des ions chlorures en régime non stationnaire (NT Build 492, [NTBuild192, 99])

La durabilité des mortiers de résine à la diffusion des ions chlorures a été réalisée sur des éprouvettes cylindriques (110 mm de diamètre et 50 mm d'épaisseur) à l'âge de 28 jours. L'essai consiste à mettre sous vide les échantillons de mortier dans un dessiccateur relié à une pompe, pendant 4h. Ces échantillons sont ensuite saturés, sous vide, en NaOH (12g/L) pendant 44h. Après saturation, les éprouvettes sont insérées dans des cellules de diffusion des ions chlorures. Ces cellules sont composées de deux compartiments : le compartiment en amont, relié à l'anode, est rempli d'une solution de NaOH (12g/L) et le compartiment en aval, relié à la cathode, est rempli d'une solution de NaCl (112 g/L). L'attaque par les ions Cl⁻ se fait pendant 24h en imposant une différence de potentiel entre les deux électrodes. Ces ions migrent de la cathode vers l'anode. Le dispositif expérimental est représenté à la figure 2.



Figure 2. Dispositif expérimental de la diffusion des ions chlorures.

Par la suite, les éprouvettes sont découpées en deux par fendage et aspergées de nitrate d'argent (0.1 M). La formation d'un dépôt blanc d'AgCl sur la surface de l'éprouvette permet de mesurer la distance X_d de la migration des ions chlorures à l'intérieur de l'échantillon. Cette distance est utilisée pour calculer le coefficient de migration selon l'équation suivante:

$$D_{nsm} \left(10^{-12} \text{ m}^2 / \text{s} \right) = \frac{0,0239(273+T)L}{(U-2)t} \left(X_d - 0,0238 \sqrt{\frac{(273+T)LX_d}{U-2}} \right) \quad [2]$$

Où D_{nssm} désigne le coefficient « non-steady-state migration », U la valeur absolue de la tension appliquée, $T(^{\circ}C)$ la valeur moyenne des températures initiale et finale de la solution anolyte, $L(mm)$ l'épaisseur de l'échantillon, $X_d(mm)$ la valeur moyenne des profondeurs de pénétration et $t(h)$ la durée de l'essai.

3. Résultats et discussions

3.1. Ouvrabilité des mortiers de résine

L'ouvrabilité des mortiers a été étudiée en utilisant un mini cône ($D=100$ mm, $d=70$ mm, $h=51$ mm) et une table de secousse. Le cône est placé au centre de la table ; il est rempli de mortier. Après 15 chocs, le moule tronconique est soulevé et l'affaissement du mortier est mesuré.

Différentes formulations ont été étudiées en faisant varier le pourcentage de la résine (m_r) par rapport à la masse totale du mortier ainsi que le type de sable. Les résultats obtenus sont présentés à la figure 3. Il est à noter que plus le pourcentage de résine augmente plus l'affaissement des mortiers à sable normalisé est important. Au-delà de 20%, un phénomène de ressuage est observé. Pour les mortiers fabriqués avec du sable recyclé, le test d'ouvrabilité n'a pu être réalisé que pour $m_r \geq 12\%$. En effet, en dessous de 12% on obtient un sable avec formation d'agglomérats sans aucune cohésion. La granulométrie du mélange sable recyclé + résine (avec $m_r=9\%$) est illustrée par la figure 1 où il apparaît que les deux sables recyclés présentent des distributions granulaires proches. La mesure du coefficient d'absorption d'eau WA à 24 heures et celle de la porosité conformément à la norme EN 1097-6 montrent que l'ajout de résine à de faibles taux a pour effet d'enrober le sable recyclé qui devient moins poreux et par conséquent caractérisé par un coefficient d'absorption plus faible (tableau 1). On peut conclure qu'une partie de la résine est absorbée et/ou adsorbée par les grains de sable recyclés ce qui génère une diminution de l'ouvrabilité.

Tableau 1. Absorptions d'eau et porosités des différents types de sable.

Type de sable	WA (%)	Porosité (%)
Sable normalisé	0,15	0,38
Sable recyclé	7,9	16,1
Sable recyclé + 9% résine	3,44	7,76

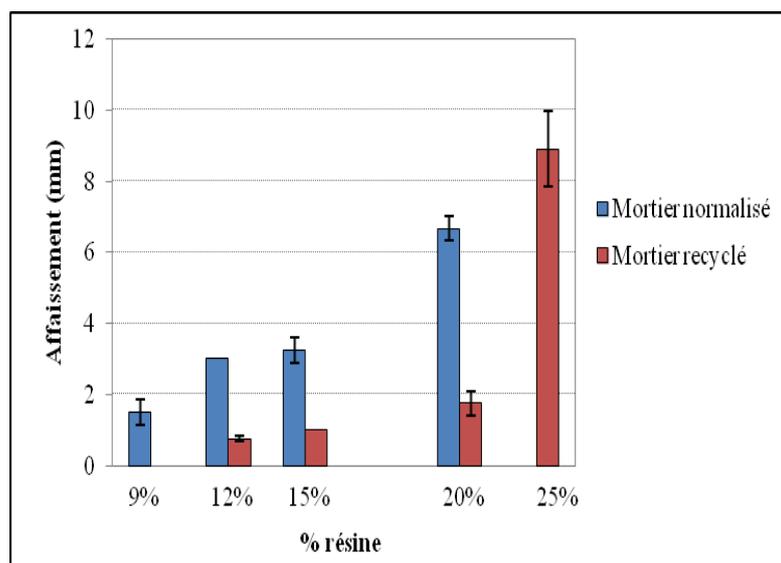


Figure 3. Evolution de l'affaissement en fonction du pourcentage de résine et du type de sable.

L'octanoate de méthyle a été ajouté à la composition des mortiers de résine dans le but d'améliorer l'ouvrabilité. Des études antérieures [BOU 14] nous ont conduits à opter pour un ajout de 5% par rapport à la masse totale du mortier. La figure 4 montre que l'affaissement est plus important lors de l'ajout du diluant.

L'amélioration de l'ouvrabilité avec l'introduction de l'octanoate de méthyle est très remarquable pour le mortier à sable normalisé formulé avec 20% de résine. En effet, Une facilité de mise en œuvre est observée lors de la fabrication des éprouvettes.

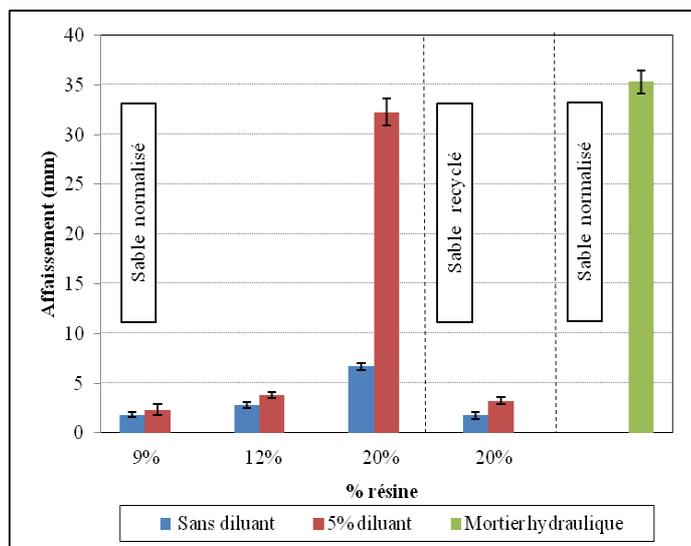


Figure 4. Evolution de l'affaissement en fonction du pourcentage de résine, du pourcentage du diluant et du type de sable.

3.2. Porosité accessible à l'eau

Les propriétés de durabilité comme la résistance à la corrosion et la diffusion des ions chlorures sont étroitement liées à la structure poreuse du matériau [BAG 97]. La porosité est donc considérée comme un indicateur de durabilité. Les valeurs des porosités accessibles à l'eau des mortiers à 28 jours d'âge sont présentées dans la figure 5.

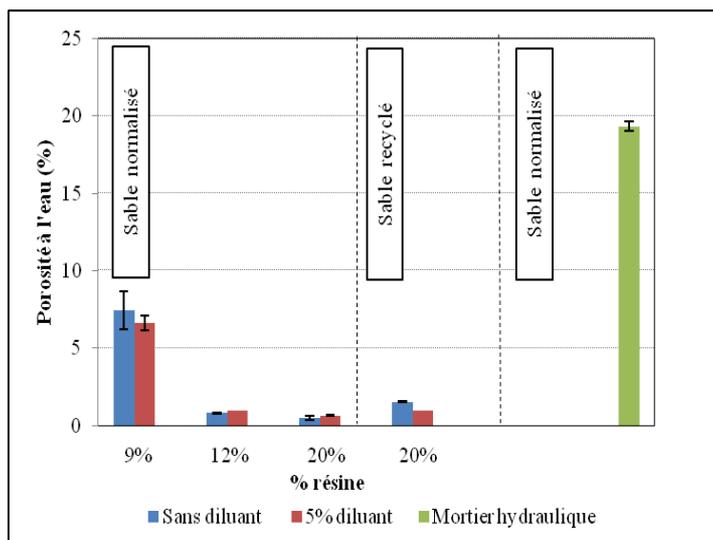


Figure 5. Evolution de la porosité en fonction du pourcentage de résine, du type de sable et de la contenance en diluant.

Les résultats obtenus révèlent que plus le pourcentage de résine augmente plus la porosité diminue : elle passe de 7,4% pour 9% de résine à 0,5% pour 20% de résine. L'ajout de l'octanoate de méthyle n'a pas d'effet significatif sur cette propriété. Il est à remarquer, par ailleurs, que la substitution totale du sable normalisé par le sable recyclé fait augmenter la porosité du mortier fabriqué avec 20% de résine pour atteindre 1,5%. Les valeurs de porosité des mortiers de résine demeurent remarquablement inférieures à celle du mortier hydraulique normalisé qui est égale à 19,5%.

3.3. Résistances mécaniques

Des essais de flexion et de compression ont été réalisés sur des éprouvettes 4x4x16 cm³, selon la norme FN EN 196-1, à différents âges de maturation (3, 7, 14 et 28 jours). La conservation des éprouvettes a été effectuée à une température de 30°C et une humidité de 48% RH, conditions proches de celles réelles d'utilisation. Les résultats obtenus sont présentés respectivement sur les figures 6 et 7. On observe une augmentation des résistances mécaniques avec l'âge de maturation pour toutes les compositions étudiées. Les histogrammes montrent, aussi, que cette résistance est d'autant plus importante que le pourcentage de résine est élevé. La substitution du sable normalisé par le sable recyclé pour le mortier formulé avec 20% de résine engendre une diminution de la résistance à la flexion et celle à la compression. A 28 jours, la résistance à la flexion passe de 30,58 MPa à 22,55 MPa et celle à la compression de 114 MPa à 101,5 MPa. L'ajout de l'octanoate de méthyle à la composition des mortiers provoque une diminution de cette grandeur. Ainsi, à 28 jours la résistance à la compression du mortier (pour $m_r=12\%$) initialement de 87 MPa passe à 61,24 MPa avec l'ajout de 5% de diluant. Cette diminution est expliquée par le fait que le diluant plastifie le réseau tridimensionnel de la résine à l'état réticulé (durci). De ce fait la rigidité et la résistance du liant époxyde s'en trouvent réduits alors que sa ductilité augmentée. Cependant, il est important de noter que les résistances mécaniques des mortiers de résine sont nettement plus élevées que celles du mortier hydraulique notamment celles à la flexion.

3.4. Diffusion des ions chlorures

Afin d'étudier la durabilité des mortiers de résine à la diffusion des ions chlorures nous avons réalisé un essai de migration en régime transitoire (Non Steady State Migration). Cet essai, développé par Tang et Nilsson [TAN 92], présente l'avantage de fournir un résultat au bout de 24 heures ; il permet de calculer le coefficient de diffusion apparent D_{nssm} . L'évolution de ce coefficient a été étudiée en fonction du pourcentage de résine, du type de sable et de la teneur en octanoate de méthyle. La figure 8 montre que plus le pourcentage de résine dans le mortier à sable normalisé augmente, plus le coefficient de diffusion des ions chlorure diminue. Pour un taux massique de résine de 20%, le D_{nssm} est égal à $0,11 \times 10^{-12}$ m²/s. En modifiant le sable normalisé par le sable recyclé le D_{nssm} passe à $0,75 \times 10^{-12}$ m²/s. En revanche, l'ajout de l'octanoate de méthyle, dans la composition des mortiers, n'a pas d'influence significative sur la migration des ions chlorures dans les mortiers de résine. Ces résultats ont été comparés à ceux obtenus pour le mortier hydraulique normalisé dont le coefficient de diffusion est égal à $10,66 \times 10^{-12}$ m²/s. Cette comparaison montre que toutes les formulations de mortiers de résine réalisées ont une résistance à la diffusion des ions chlorures beaucoup plus élevée que celle du mortier hydraulique.

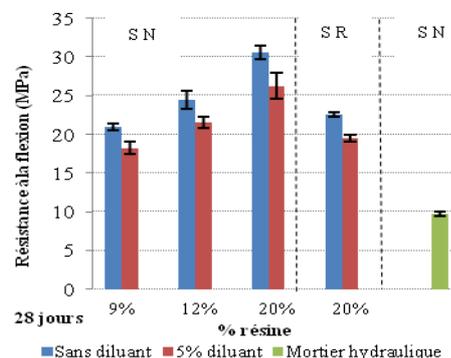
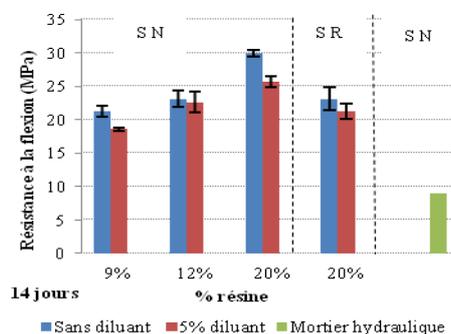
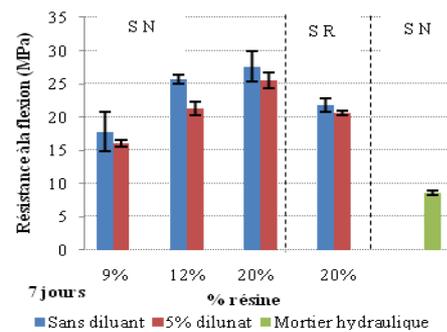
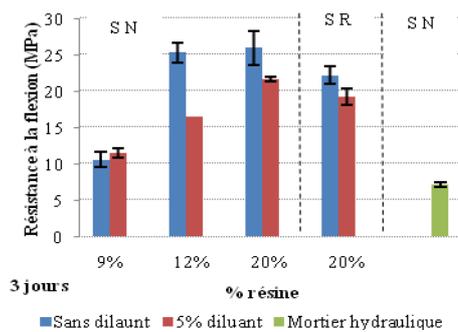


Figure 6. Evolution de la résistance à la flexion en fonction du pourcentage de résine, du pourcentage du diluant et du type de sable.

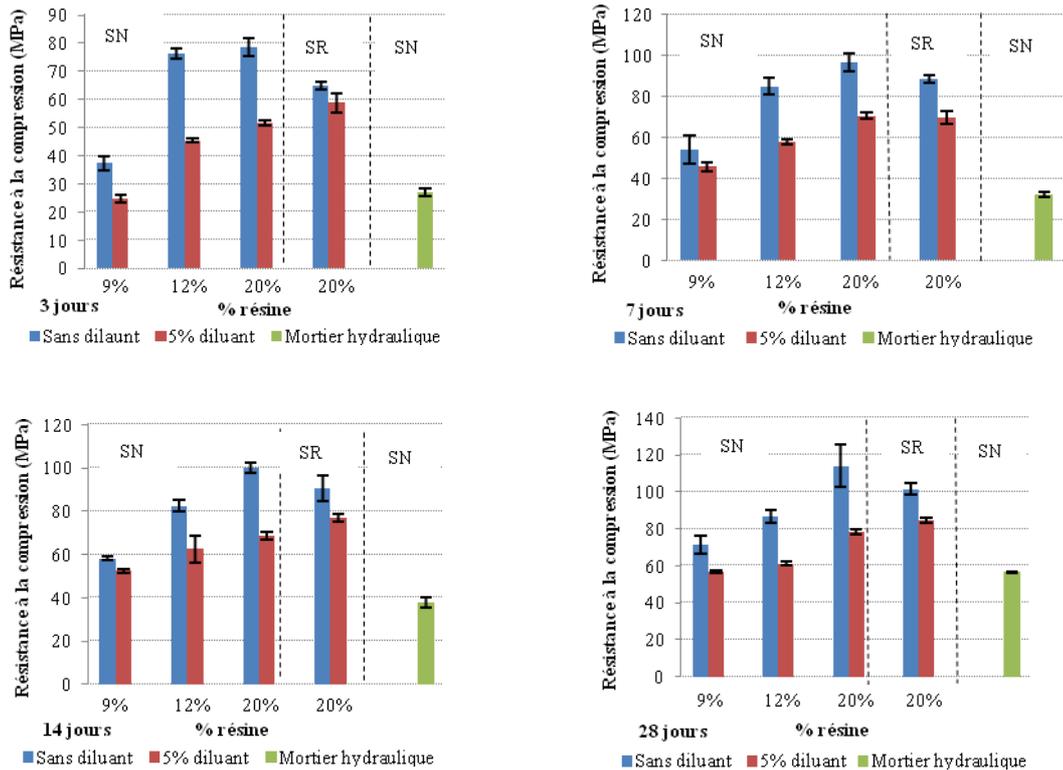


Figure 7. Evolution de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de résine, du pourcentage du diluant et du type de sable.

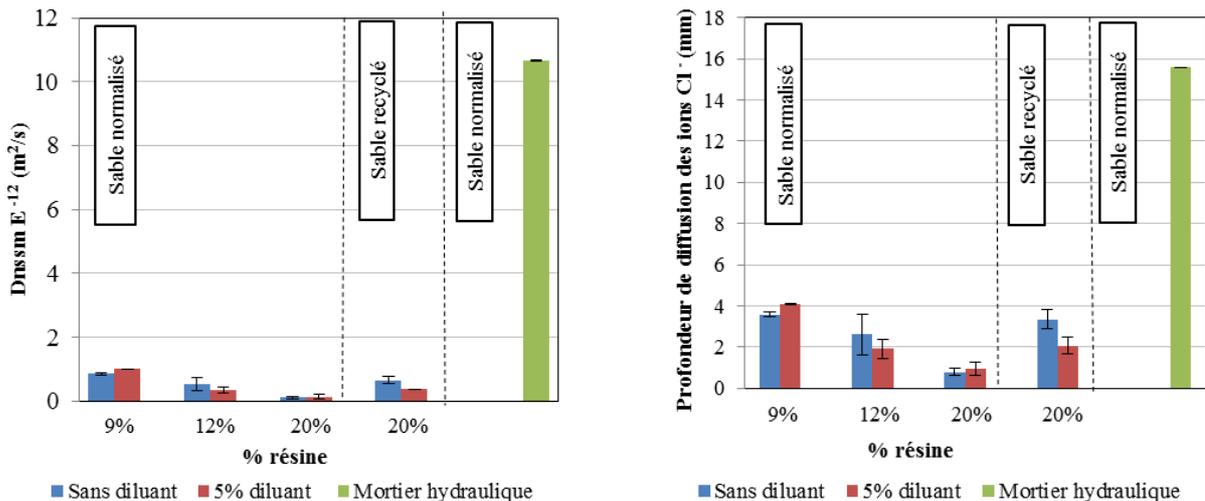


Figure 8. Evolution du coefficient de diffusion et de la profondeur de diffusion des ions chlorures en fonction du pourcentage de résine, du type de sable et de la contenance en diluant.

La diffusion des ions chlorures dans les mortiers est étroitement liée à la porosité. La figure 9 représente l'évolution du coefficient D_{nssm} en fonction de la porosité accessible à l'eau. Il est à noter que plus la porosité est importante plus la capacité des ions chlorures à diffuser dans le mortier est importante quelque soit la formulation du mortier pourvu que la nature physico-chimique du liant est identique (sans et avec diluant pour le liant époxyde).

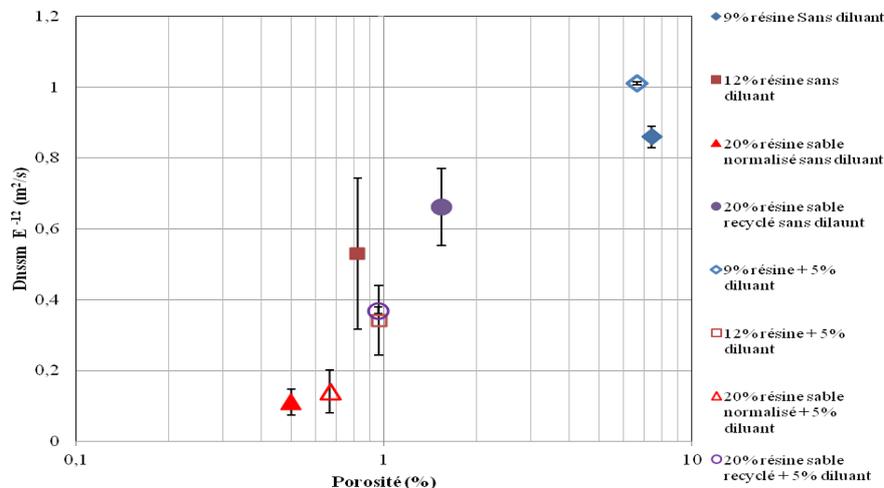


Figure 9. Evolution du coefficient de diffusion des ions chlorures en fonction de la porosité.

4. Conclusion

Il ressort de cette étude que les mortiers de résine étudiés présentent une ouvrabilité qui s'améliore avec l'augmentation du pourcentage de résine et avec l'ajout de l'octanoate de méthyle. La substitution du sable normalisé par le sable recyclé modifie la classe de consistance du mortier, en effet, l'affaissement diminue. Le mortier formulé avec 20% de résine et du sable normalisé manifeste la meilleure ouvrabilité. A l'état durci, les résistances mécaniques ont été testées. Les résultats montrent que le mortier formulé avec 20% de résine et du sable normalisé présente la résistance mécanique la plus élevée. Les indicateurs de durabilité des mortiers de résine ont été testés à l'âge de 28 jours. Il a été constaté que la porosité décroît avec l'augmentation du taux de résine et par conséquent la résistance à la diffusion des ions chlorures dans les mortiers augmente. Le mortier formulé avec 20% de résine et du sable recyclé présente une résistance à la diffusion des ions chlorures plus faible que celle du mortier à sable normalisé. Les valeurs obtenues restent faibles comparées à celles du mortier hydraulique normalisé. Cette étude permet de conclure que le mortier de résine le mieux adapté à la réparation est le mortier formulé avec 20% de résine et du sable normalisé. Cependant la valorisation du sable recyclé pour la fabrication des mortiers à base de résine époxyde semble une voie prometteuse.

5. Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier vivement BOSTIK (le fournisseur de la résine) qui fût d'une aide précieuse dans réalisation de ce travail. Je suis également très reconnaissante au projet national Recybeton pour m'avoir fourni le sable recyclé. Enfin je tiens aussi à remercier le projet CMCU PHC-Utique (Campus France) qui a financé une partie de mes travaux de thèse.

6. Références bibliographiques

- [BAG 97] Bagel L., V. Kivica, «Relationship between pore structure and permeability of hardened cement mortars: on the choice of effective pore structure parameter», *Cement and Concrete Research*, vol. 27, 1997, p. 1225-1235.
- [BOU 14] Bourguiba A., Ghorbel E., Dhaoui W., «Effets de l'introduction d'un diluant sur les propriétés physiques et rhéologiques des mortiers à base de résine époxyde», 32èmes rencontres de l'AUGC, Orléans 4 au 6 juin 2014.
- [NF P 18-459,10] NF P 18-459, Béton, Essai pour béton durci, Essai de porosité et de masse volumique, 2010.
- [NTBuild192, 99] NT Build192, Concrete, mortar and cement based repair materials: chloride migration coefficient from non steady state migration experiments. Nordtest, 1999.
- [TAN 92] Tang, L., Nilsson, L. O., «Rapid determination of chloride diffusivity in concrete by applying an electrical field», *ACI Materials Journals*, vol. 89, n° 1, 1992, p. 49-53.