
Propriétés adhésives et rhéologiques des mortiers colles fibrés

Kaci A.* — Bouras R. **—Phan V.T. * *— Chaouche M. **

* Université de Cergy-Pontoise, L2MGC, EA 4114, F – 95000 Cergy-Pontoise, France

Abdelhak.kaci@u-cergy.fr

** Laboratoire de Mécanique et Technologie – Cachan (ENS Cachan/CNRS UMR8535/UPMC/PRES UniverSud Paris), 61 av. du Président Wilson,-94230 Cachan, France

chaouche@lmt.ens-cachan.fr, phan@lmt.ens-cachan.fr,

bouras-rachid@mail.ummo.dz

RÉSUMÉ. Les propriétés adhésives à l'état frais des mortiers colles fibrés sont étudiées en utilisant un test d'arrachement. Ce dernier consiste à mesurer l'évolution de la force normale nécessaire pour séparer, à une vitesse donnée, deux plateaux parallèles entre lesquels se trouve une couche mince d'un échantillon pré-comprimé. Les propriétés adhésives des mortiers, y compris la cohésion et l'adhérence à la surface, sont déduites des courbes représentant l'évolution de la force d'arrachement en fonction de la hauteur instantanée pour différentes vitesses d'arrachement. Les propriétés adhésives sont reliées qualitativement au comportement rhéologique des mortiers. Ces derniers se comportent comme des fluides rhéofluidifiants d'Herschel-Bulkley. L'influence du taux de dosage en fibres sur les propriétés adhésives et rhéologiques est étudiée.

ABSTRACT. Adhesive properties of fibre-reinforced joint mortars in fresh state are investigated using the probe tack test. This test consists of measuring the force required to separate at a given velocity two plates between which a thin layer of the tested material is inserted. The adhesive properties of the mortars, including cohesion and adherence to the plate surface, are inferred from the curves representing the evolution of the tack force versus instantaneous plate separation for different pulling velocities. The adhesive properties are qualitatively related to the rheological behaviour of the mortars. The latter are shown to behave as Herschel–Bulkley shear-thinning fluids. The influence of fibre content on both adhesive and rheological properties is investigated.

MOTS-CLÉS : Mortiers colles – Fibres – Propriétés adhésives – Essai d'arrachement – Propriétés rhéologiques

KEYWORDS: Joint mortars - Fibre composites - Adhesive properties - Tack test - Rheological properties

1. Introduction

Les mortiers colles sont utilisés pour réaliser des jointures entre des éléments de maçonnerie (briques, pierres, bétons...) ainsi que pour fixer des carrelages sur le sol ou sur les murs. Ils sont essentiellement composés d'un liant hydraulique (ciment et/ou chaux), de sable, d'additions minérales et organiques. Ces dernières sont en particulier utilisées pour améliorer les propriétés adhésives et rhéologiques de ces colles à l'état frais.

Par ailleurs, en pratique des fibres sont introduites pour améliorer certaines propriétés mécaniques à l'état durci (limitation des risques de fissuration, résistance mécanique). Cependant, cela peut avoir des conséquences sur les propriétés de mise en place du mortier colle, en particulier sur ces propriétés adhésives.

Le test d'arrachement (*probe tack test*) est souvent utilisé pour caractériser les propriétés d'adhésion de différents types de matériaux. Initialement, ce test a été utilisé pour étudier la rupture dynamique des liquides, impliquant en particulier l'instabilité de Saffman-Taylor. Cette dernière apparaît lorsque l'on sépare deux plaques entre lesquelles un fluide Newtonien ou non-Newtonien est inséré [Lindner *et al.*, (2005), Ben Amar *et al.*, (2005), Poivet *et al.*, (2004)].

D'autres auteurs ont élargi son utilisation aux matériaux souples tel que les adhésifs polymères [Lakrouit *et al.*, (1999), Derks *et al.*, (2003)]. L'adhésion de ces matériaux à base de copolymère fait intervenir deux phénomènes : cavitation et dissipation visco-élastique. Pour être efficace, un adhésif doit posséder à la fois les propriétés d'un liquide, pour mouiller la surface lorsque la liaison est formée et, les propriétés d'un solide afin de maintenir un certain niveau de contrainte au cours du processus d'arrachement [Lindner *et al.*, (2005)].

Récemment, les propriétés adhésives des pâtes à base de minéraux (boue argileuse) [Mohamed Abdelhay *et al.*, (2008)] et des matériaux granulaires (colles sans fibres) [Kaci *et al.*, (2009)] ont été considérées moyennant le test d'arrachement.

Dans ce travail, nous nous intéresserons à l'influence de l'ajout de fibres organiques sur les propriétés adhésives. Nous essayerons par ailleurs de relier, du moins qualitativement, les paramètres d'adhésion aux propriétés rhéologiques de ces colles fibrées.

2. Matériaux et méthodes

2.1. Matériaux

Les mortiers colles sont essentiellement composés de ciment, de sable fin, de différentes charges et d'additifs organiques. La composition des pâtes de mortiers étudiées est rapportée dans le Tableau 1.

Tableau 1. *Composition des mortiers étudiés*

Constituant	Ciment	Sable siliceux	Fibres	Ether de cellulose	Eau
% (masse)	30	70	Varie de : 0 → 0.82	0.22	30

La taille maximale des grains de sable est d'environ 0,5 mm. La longueur moyenne des fibres est d'environ 1 mm avec diamètre moyen de l'ordre de 10 μm .

L'ensemble des mesures ont été effectuées au cours de la période d'induction (environ 2 heures), durant laquelle la cinétique d'hydratation est assez lente. On peut alors considérer que son influence sur les propriétés adhésives et rhéologiques est négligeable.

2.1. Méthodes

2.1.1. Détermination des propriétés adhésives

Le dispositif expérimental est schématisé sur la figure 1. Les pâtes de mortier sont introduites entre deux plateaux parallèles (avec des surfaces rugueuses pour minimiser le glissement). Avant de commencer l'arrachement, les deux plateaux sont rapprochés à une vitesse donnée ($V = 500 \mu\text{m/s}$) pour atteindre une hauteur initiale $h_0 = 3 \text{ mm}$ (voir figure 1.a). Le diamètre de la galette de mortier (identique au diamètre du plateau supérieure) est de 40 mm.

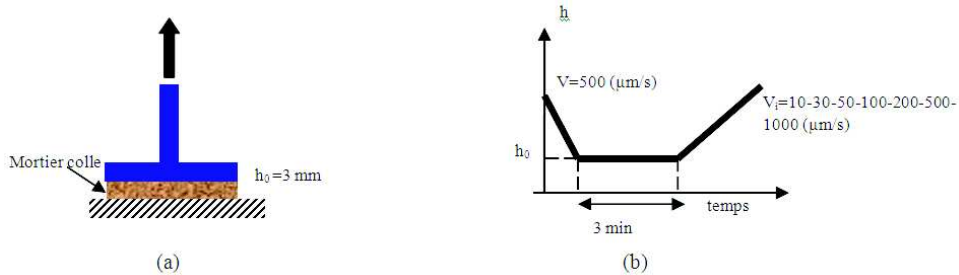


Figure 1: *Test d'arrachement : (a) dispositif expérimental, (b) protocole de mesure.*

Pour éviter d'éventuels effets mémoire, le matériau est laissé relaxer au repos pendant une durée de 3 minutes avant le début de l'arrachement (Fig 1.b). L'échantillon est soumis à une traction à vitesse constante en déplaçant la plaque supérieure et l'évolution temporelle de la force normale est enregistrée. La vitesse d'arrachement varie entre 10 et 1000 $\mu\text{m/s}$ (deux ordres de grandeur).

2.1.2. Détermination des propriétés rhéologiques

Les propriétés rhéologiques des mortiers sont déterminées en utilisant le même rhéomètre (AR2000ex) équipé d'une géométrie à palettes de 4 lames (Vane). Cette géométrie est reconnue comme étant bien adaptée pour les suspensions granulaires ou pour les mortiers [Bauer *et al.*, (2007)].

La figure 2 représente la forme typique des courbes obtenues lors d'un essai d'arrachement. Tout d'abord la force augmente (zone 1), passe par un maximum F_{\max} ensuite elle décroît (zone 2) pour atteindre finalement un plateau (zone 3).

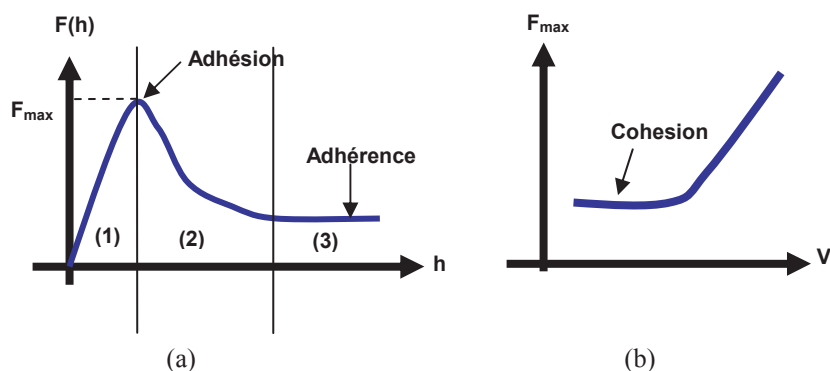


Figure 2. Analyse des résultats du test d'arrachement : (a) forme typique des courbes d'arrachement (b) évolution de la force maximale en fonction des vitesses d'arrachement considérées.

Dans la première zone le mortier affiche un comportement essentiellement élastique, puis visco-élastique. Dans la deuxième zone, on a rupture irréversible et un écoulement du matériau vers le centre des plateaux. L'analyse de la décroissance de la force dans cette zone permet de caractériser la dynamique de rupture du mortier. La troisième zone commence dès que le processus de rupture est terminé. La quantité du matériau restée collée sur le plateau mobile permet d'avoir la valeur de la force d'adhérence du mortier au plateau supérieur. La valeur du pic de force F_{\max} est liée à la fois à la dissipation visqueuse (propriété dynamique) et à la force de cohésion (propriété statique) qui est due essentiellement aux forces moléculaires et capillaires. Pour déduire la cohésion à partir de la force d'adhérence, le pic de force est représenté en fonction de la vitesse de l'arrachement. La force de cohésion correspond à la valeur maximale du pic de force quand la vitesse tend vers zéro (fig. 2b).

3. Résultats et discussions

3.1. Propriétés adhésives

3.1.1. Adhésion

L'évolution du maximum de la force d'arrachement (force d'adhésion) en fonction de la vitesse est déterminée pour les différents dosages en fibres. Les résultats sont représentés sur la figure 3. On remarque que pour chaque dosage en fibre, la force d'adhésion augmente avec la vitesse d'arrachement. Cela peut être attribué à l'augmentation de la contribution de la composante visqueuse à la force d'adhésion lorsqu'on fait augmenter la vitesse d'arrachement.

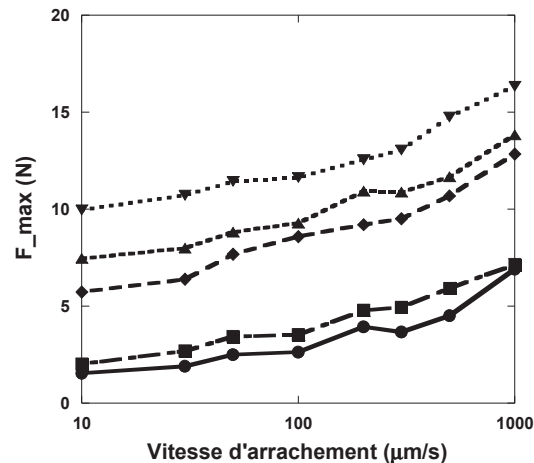


Figure 3. Evolution de la force d'adhésion en fonction de vitesse d'arrachement pour différents dosage en fibres : (●)0.13%, (■)0.27%,(◆)0.55%,(▲)0.68%,(▼)0.82%

Par ailleurs, les courbes sont sensiblement parallèles, ce qui indique que la force d'adhésion ne dépend pas de la vitesse d'arrachement lorsqu'on fait varier le dosage en fibres. Comme on le verra plus loin, ce résultat est en total contradiction avec ceux obtenus dans un cisaillement (comportement rhéologique).

3.1.2. Cohésion

La cohésion est déterminée à partir de la force d'adhérence pour une vitesse d'arrachement nulle. L'évolution de la force de cohésion en fonction du dosage en fibres est représentée sur la figure 4. En augmentant le dosage en fibre, la cohésion croît d'une manière significative. Il existe un dosage en fibres critique (situé entre 0,27% et 0,55%) au-dessus lequel on obtient une forte augmentation de la force de cohésion.

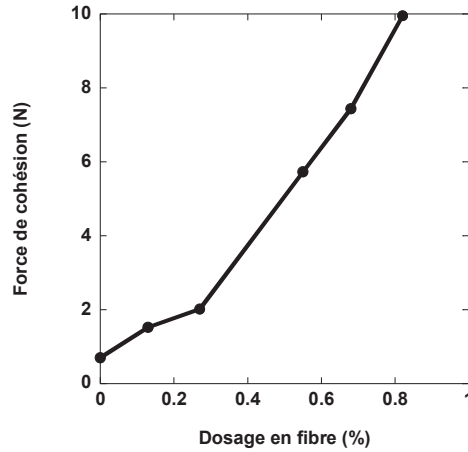


Figure 4. *Évolution de la force de cohésion en fonction du dosage en fibres.*

3.1.3. Adhérence

La force d'adhérence est supposée être égale au poids du mortier qui reste collé au plateau supérieur. L'évolution de la force d'adhérence en fonction de la teneur en fibres pour trois valeurs de vitesses d'arrachement est représentée sur la figure 5. On observe une diminution spectaculaire de l'adhésion lors de l'ajout de fibres. A grand dosage en fibres (0,82%), il n'y a pratiquement aucune adhérence à la surface du plateau. Cela peut avoir des conséquences importantes d'un point de vue pratique. En effet, le mortier perd son caractère collant. La diminution de l'adhérence avec la teneur en fibre peut être liée à l'évolution des propriétés rhéologiques lors de l'ajout de fibres. Cela sera discuté dans la section suivante.

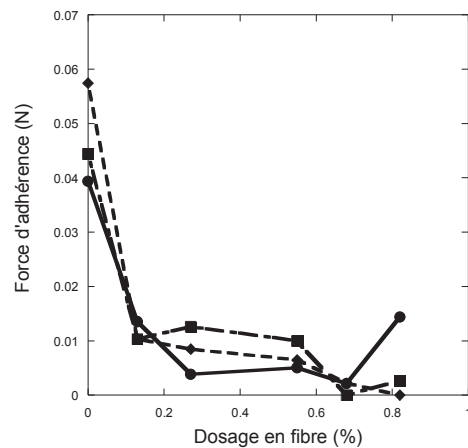


Figure 5. *Evolution de la force d'adhérence en fonction du dosage en fibres pour trois vitesses d'arrachement : (◆) 50µm/s, (●) 100µm/s, (■) 500µm/s.*

3.2. Propriétés rhéologiques

Les courbes d'écoulement des mortiers, déterminées à contraintes imposées, pour différents dosages en fibres sont représentées sur la figure 6. La forme générale des courbes d'écoulement indique que les mortiers se comportent comme des fluides d'Herschel-Bulkley rhéofluidifiants.

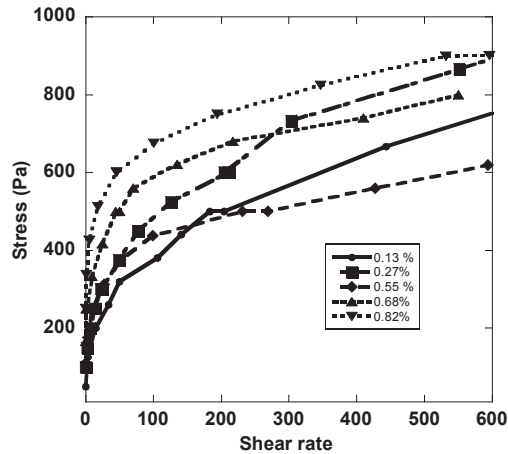


Figure 6. Courbes d'écoulement du mortier pour différents dosages en fibres

Le seuil d'écoulement correspond à la valeur de la contrainte appliquée pour laquelle on a un taux de cisaillement fini. L'évolution du seuil en fonction de dosages en fibres est représentée sur la figure 7.a. On constate que le seuil augmente, d'une manière fortement non linéaire, avec le dosage en fibres. Au-dessous d'une certaine valeur de dosage en fibres (environ 0,55%), la variation du seuil est non significative, tandis qu'au-dessus l'augmentation est assez importante. La présence de cette valeur critique peut être liée à l'apparition d'un enchevêtrement important de fibres conduisant à l'augmentation de la résistance à un départ d'écoulement. Si tel est effectivement le cas, la concentration critique dépendra alors de la géométrie des fibres (en particulier leur rapport de forme). Une étude rhéologique avec des fibres de tailles différentes est nécessaire afin de vérifier cette hypothèse.

Deux autres paramètres rhéologiques, la consistance et l'indice de fluidité, sont déterminés en effectuant un ajustement des résultats expérimentaux avec le modèle de Herschel-Bulkley :

$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n \quad [1]$$

Avec : τ_0 seuil d'écoulement, $\dot{\gamma}$ taux de cisaillement, k consistance et n indice de fluidité

L'évolution de la consistance varie de manière inverse par rapport à l'indice de fluidité (figures 7.b et 7.c). Le fait que l'indice de fluidité diminue signifie que le matériau devient de plus en plus rhéofluidifiant lorsqu'on augmente le dosage en fibres. L'augmentation de la sensibilité de la contrainte au taux de cisaillement peut être due à la défloculation des agrégats de fibres induite par l'écoulement [Chaouche et Koch (2001)].

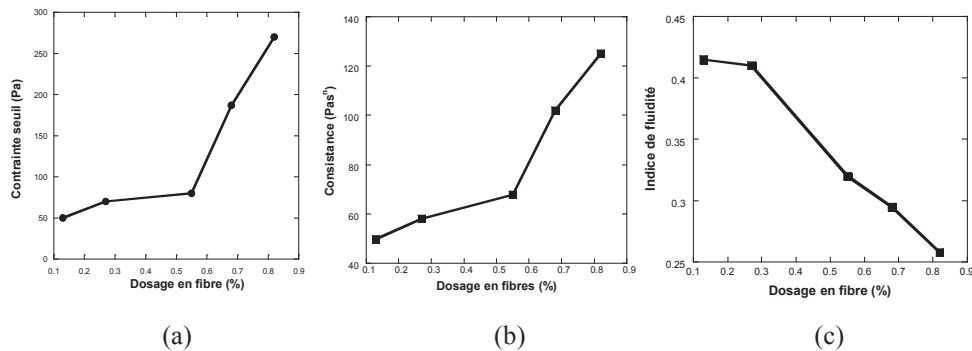


Figure 7. Évolution des paramètres rhéologiques en fonction du dosage en fibre (a) seuil d'écoulement, (b) consistance, (c) indice de fluidité.

3.3. Relation entre les propriétés rhéologiques et adhésives

Dans un tack test la distance instantanée entre les plateaux est généralement très petite par rapport au diamètre de l'échantillon. En conséquence la théorie de lubrification, dans laquelle on suppose que l'écoulement est dominé par la composante de cisaillement, peut être utilisée pour déterminer la force d'adhérence (F_{\max}). Pour les fluides d'Herschel-Bulkley ce calcul a déjà été effectué par Meeten (2002) :

$$F_{\max} = \frac{2\pi R^3 \tau_0}{3h_m} + \frac{2\pi k}{n+3} \left(\frac{2n+1}{n} \right)^n \frac{R^3}{h_m} \left(\frac{RV}{h_m^2} \right)^n \quad [2]$$

Avec : R rayon du mortier, h_m : distance instantanée entre les plateaux correspondant à F_{\max} , V vitesse d'arrachement

L'éq. 2 peut être utilisée pour relier les propriétés adhésives, déterminées à partir du test d'arrachement, aux paramètres rhéologiques du mortier. En effet, la force de cohésion correspond à la valeur de la force donnée par l'expression précédente lorsque la vitesse d'arrachement tend vers 0:

$$F_{\text{cohésion}} = \frac{2\pi R^3 \tau_0}{3h_m} \quad [3]$$

Les forces de cohésion déduites sont représentées sur la figure 8 et comparés aux valeurs de seuil d'écoulement (mesures rhéologiques), pour les différents dosages en fibre. La comparaison entre la contrainte de cisaillement seuil et la contrainte de cohésion (Figure 8) montre que les fibres augmentent de manière nettement plus importante la résistance des mortiers à l'arrachement qu'au cisaillement. Cela peut s'expliquer par le fait qu'en cisaillement (rhéométrie) les fibres ont tendance à s'orienter suivant la direction de l'écoulement tandis que dans un écoulement élongationnelle les fibres s'orientent suivant la direction du gradient, ce qui entraîne une plus grande résistance à l'écoulement.

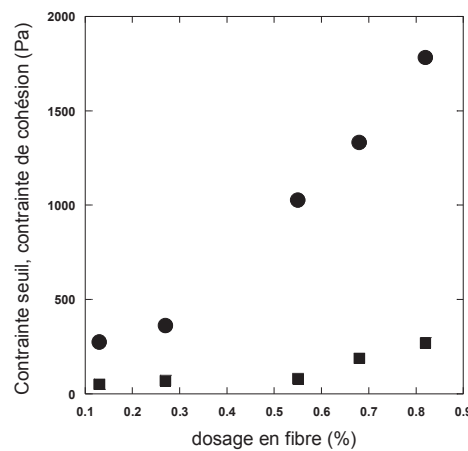


Figure 8. Comparaison entre les valeurs des contraintes seuil (■) et de cohésion (●) pour différentes valeurs de dosage en fibres.

Une comparaison entre les propriétés rhéologiques dynamiques (consistance et indice de fluidité) déterminées en cisaillement à celles correspondant aux essais d'arrachement n'est pas envisageable. En effet, dans un essai d'arrachement le gradient de cisaillement est assez faible. La plus grande valeur du gradient de cisaillement peut être estimé à $V_{\max} / h_{\min} = (1 \text{ mm/s}) / (3 \text{ mm}) = 0,33 \text{ s}^{-1}$, où V_{\max} est la vitesse d'arrachement la plus élevée et h_{\min} la valeur minimale entre plateaux (valeur initiale).

4. Conclusion

Les propriétés adhésives des mortiers colles contenant différents dosages en fibres ont été étudiées en utilisant le test d'arrachement. A partir des courbes d'arrachement trois types de force ont été déterminés : l'adhérence, la cohésion et l'adhésion. Nous avons constaté que l'évolution de la force de cohésion en fonction du dosage en fibres varie d'une manière fortement non-linéaire avec la présence d'une valeur critique au dessous laquelle l'effet de fibres est assez faible. D'autres part, l'addition de fibres conduit à la diminution de l'adhérence du mortier sur le

support. Du point de vue pratique, les deux observations précédentes impliquent l'existence d'un taux de dosage optimal à trouver afin d'augmenter suffisamment la cohésion (pour éviter le fluage) sans diminuer l'adhérence.

Une comparaison qualitative entre les propriétés adhésives et rhéologiques est effectuée. Nous avons constaté que la force de cohésion peut être corrélée à la contrainte de cisaillement seuil, mais avec des valeurs plus grandes. Cela est attribué à la différence d'orientation des fibres induites par un écoulement en cisaillement à celle dans le cas d'un écoulement élongationnelle.

Les contraintes seuil rhéologiques et celles obtenues par le test d'arrachement peuvent être considéré comme complémentaires pour caractériser les propriétés de mise en place des mortiers colles. Une étude plus approfondie tenant compte de la géométrie des fibres est nécessaire pour mieux interpréter les résultats des essais d'arrachement et rhéologiques.

Remerciements

Les auteurs remercient l'entreprise ParexLanko pour le financement de ce travail.

Bibliographie

- Bauer E, de Sousa JGG, Guimarães EA, Silva FGS. Study of the laboratory Vane test on mortars. *Build Environ* 2007;42(1):86–92.
- Ben Amar M, Bonn D. Fingering instabilities in adhesive failure. *Physica D* 2005;209:1–16.
- Chaouche M, Koch D. Rheology of non-brownian rigid fiber suspensions with adhesive contacts. *J Rheol* 2001;45:369–82.
- Derks D, Lindner A, Creton C, Bonn D. Cohesive failure of thin layers of soft model adhesives under tension. *J Appl Phys* 2003;93:1557–66.
- Kaci A, Bouras R, Chaouche M, Andréani P-A, Brossas H. Adhesive and rheological properties of mortar joints. *Appl Rheol* 2009;19:51970.
- Lakrou H, Sergot P, Creton C. Direct observation of cavitation, fibrillation in a probe tack experiment on model acrylic pressure-sensitive-adhesives. *J Adhes* 1999;69:307–59.
- Lindner A, Derks D, Shelly JM. Stretch flow of thin layers of Newtonian liquids: fingering Patterns and lifting forces. *Phys Fluids* 2005;17:72107.
- Meeten GH. Constant-force squeeze flow of soft solids. *Rheol Acta* 2002;41:557–66.
- Mohamed Abdelhaye YO, Chaouche M, Van Damme H. The tackiness of smectite Muds. 1. The dilute regime. *Appl Clay Sci* 2008;42:2163–7.
- Poivet S, Nallet F, Gay C, Teisseire J, Fabre P. Force response of a viscous liquid in a probe-tack geometry: fingering versus cavitation. *Eur Phys J E* 2004;15:97–116.