

UNIVERSITÉ D'ORLÉANS

ÉCOLE DOCTORALE :

« Énergie, Matériaux, Sciences de la Terre et de l'Univers »

Laboratoire de Mécanique Gabriel Lamé

THÈSE

 présentée par :

Malek BALAWI

soutenue le : **21 octobre 2024**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'Université d'Orléans**

Discipline/ Spécialité : Génie civil

**Étude de la formulation et des performances d'un enduit
à base de chaux et de poudre de pierre**

THÈSE dirigée par :

M. BRUNETAUD Xavier

M. BECK Kévin

Mme BELAYACHI Naima

Professeur des Universités, Université d'Orléans

Maître de conférences HDR, Université d'Orléans

Professeur des Universités, Université d'Orléans

RAPPORTEURS :

Mme MENENDEZ Beatriz

M. LEKLOU Nordine

Maître de conférences HDR, CY Cergy Paris Université

Professeur des Universités, Université de Nantes

JURY :

M. BULTEEL David

Mme MENENDEZ Beatriz

M. LEKLOU Nordine

M. BRUNETAUD Xavier

M. BECK Kévin

Mme BELAYACHI Naima

Professeur des Universités, IMT Nord Europe, **Président du jury**

Maître de conférences HDR, CY Cergy Paris Université

Professeur des Universités, Université de Nantes

Professeur des Universités, Université d'Orléans

Maître de conférences HDR, Université d'Orléans

Professeur des Universités, Université d'Orléans

Sommaire

Introduction générale.....	1
1. Contexte de la thèse.....	1
2. Projet RESPECT	6
3. Objectifs et enjeux.....	7
Chapitre 1 : Optimisation de la formulation	11
1. Introduction	11
2. Revue de la littérature : Formulation d'enduits et de mortiers	11
3. Matériaux et matières premières	14
3.1. Le granulat.....	15
3.1.1. Le tuffeau	16
3.1.1.1. Caractéristiques physiques et mécaniques.....	16
3.1.1.2. Composition minéralogique	17
3.1.1.3. Morphologie des minéraux constitutifs	18
3.1.1.4. La poudre de tuffeau.....	18
3.1.2. Analyse granulométrique	20
3.1.2.1. Reproductibilité de la poudre de tuffeau	20
3.1.2.2. Influence de la Méthode de fabrication	20
3.1.2.3. Sables utilisés	21
3.1.3. Masse volumique apparente et finesse des granulats	22
3.2. Le liant.....	24
3.2.1. La chaux.....	25
3.2.1.1. La chaux aérienne.....	26

3.2.1.2.	La chaux hydraulique	26
3.2.2.	Caractéristiques de la chaux CL90 utilisée	26
3.3.	Les additifs	27
3.3.1.	Les réducteurs d'eau.....	27
3.3.2.	Les compensateurs de retrait	28
3.3.3.	Les entraîneurs d'air.....	28
3.3.4.	Les modificateurs de rhéologie	29
3.3.5.	Caractéristiques des additifs utilisés	30
4.	Pré-formulation : étude préliminaire	30
4.1.	Méthodologie de formulation	32
4.1.1.	Demande en eau	32
4.1.1.1.	Limites de plasticité, limites d'Atterberg	32
4.1.1.2.	Consistance avec la table à choc	32
4.1.2.	Dosage des constituants	33
4.1.2.1.	Mise en œuvre, observations visuelles et colorimétrie.....	33
4.1.2.2.	Performance mécanique et retrait.....	33
4.2.	Résultats de l'étude préliminaire	34
4.2.1.	Détermination de la demande en eau optimale	34
4.2.2.	Détermination de la proportion optimale de chaux	35
4.2.2.1.	Mise en œuvre, observations visuelles et colorimétrie.....	35
4.2.2.2.	Résistance à la compression et retrait.....	37
4.3.	Synthèse et apports de la pré-formulation	38
5.	Optimisation de la formulation.....	39
5.1.	Méthodes	40
5.1.1.	Demande en eau	41
5.1.1.1.	Consistance avec la table à choc	41

5.1.2.	Évaluation de la mise en œuvre et du retrait	41
5.2.	Résultats et discussion.....	42
5.2.1.	Superplastifiant (SP)	42
5.2.2.	Compensateur de retrait (CR)	44
5.2.3.	Entraîneur d'air (EA)	46
5.2.4.	Agent colloïdal (AC).....	48
5.3.	Synthèse et apports de l'utilisation des ajouts	50
 Chapitre 2 : Comportement à l'état frais.....		52
1.	Introduction	52
2.	Revue de la littérature : Performances à l'état frais	53
3.	Matériaux et formulations	55
4.	Maniabilité	56
4.1.	Méthodes	56
4.1.1.	Table à choc	56
4.1.2.	Fall-cone.....	57
4.1.3.	Teneur en air et densité apparente.....	57
4.2.	Résultats	58
4.2.1.	Évaluation de la demande en eau pour la consistance normalisée mesurée par la table à choc	58
4.2.2.	Évaluation de la consistance par le fall-cône	60
4.2.3.	Variation de la teneur en air et de la densité apparente.....	62
4.3.	Synthèse et apports de l'évaluation de la maniabilité.....	64
5.	Adhérence à l'état frais.....	65
5.1.	Méthode de mesure d'adhérence	65
5.1.1.	Données brutes d'un test d'adhérence.....	67
5.1.2.	Détermination de la vitesse de déplacement	68

5.1.3.	Conversion vers les paramètres d'adhérence	69
5.1.4.	Les supports utilisés	71
5.1.5.	Les formules étudiées.....	74
5.2.	Résultats	76
5.2.1.	Définition des seuils	76
5.2.2.	Effet du type de granulat	82
5.2.3.	Effet des additifs.....	84
5.2.3.1.	Effet de chaque additif seul à la formule de référence	85
5.2.3.2.	Exclusion d'un additif de la formule optimale	88
5.2.4.	Effet de la demande en eau	91
5.2.5.	Effet du type de support	94
5.2.6.	Effet de l'humidification du support.....	95
5.3.	Synthèse et apports de l'évaluation de l'adhérence	97
Chapitre 3 :	Comportement à l'état durci	99
1.	Introduction	99
2.	Revue de la littérature : Performances à l'état durci	99
3.	Matériaux et formulations	105
4.	Variations volumiques	107
4.1.	Pesée hydrostatique.....	107
4.1.1.	Températures étudiées.....	108
4.2.	Retrait diamétral.....	109
4.2.1.	Conditions environnementales étudiées.....	110
4.3.	Résultats	111
4.3.1.	Variation du volume par pesée hydrostatique	111
4.3.1.1.	Formule optimale et formule de référence	111

4.3.1.2.	Effet de la concentration de CR.....	112
4.3.1.3.	Effet de la température	113
4.3.2.	Évaluation du retrait diamétral	114
4.3.2.1.	Effet du type de granulat	114
4.3.2.2.	Effet des additifs.....	115
4.3.2.2.1	Effet de chaque additif seul à la formule de référence	117
4.3.2.2.2	Exclusion d'un additif de la formule optimale	120
4.3.2.3.	Effet des conditions environnementales	121
4.4.	Synthèse et apports de l'évaluation des variations volumiques	127
5.	Adhérence à l'état durci.....	129
5.1.	Mesure d'adhérence par traction directe.....	129
5.1.1.	Formules étudiées.....	130
5.1.2.	Supports utilisés	131
5.2.	Résultats	132
5.2.1.	Effet du type de granulat	132
5.2.2.	Effet des additifs.....	133
5.2.2.1.	Effet de chaque additif seul à la formule de référence	135
5.2.2.2.	Exclusion d'un additif de la formule optimale	136
5.2.3.	Effet du type de support	137
5.2.4.	Effet de l'humidification du support	140
5.3.	Synthèse et apports de l'évaluation de l'adhérence	142
6.	Propriétés mécaniques	143
6.1.	Méthodes	143
6.1.1.	Résistance à la compression et à la flexion	143
6.1.2.	Mesure de résistance au perçage	144
6.1.3.	Duromètre.....	145

6.1.4.	Formules étudiées.....	146
6.2.	Résultats	147
6.2.1.	Évaluation de la résistance à la compression et à la flexion	147
6.2.1.1.	Effet du type de granulat	147
6.2.1.2.	Effet des additifs.....	148
6.2.1.2.1	Effet de chaque additif seul à la formule de référence	149
6.2.1.2.2	Exclusion d'un additif de la formule optimale	150
6.2.2.	Évaluation de la résistance au perçage	151
6.2.2.1.	Exemple de résultat brut d'un test de perçage	151
6.2.2.2.	Effet des additifs.....	152
6.2.2.2.1	Effet du compensateur de retrait et de l'entraîneur d'air	153
6.2.3.	Évaluation de la dureté	155
6.2.3.1.	Effet des additifs.....	155
6.2.3.1.1	Effet du compensateur de retrait et de l'entraîneur d'air	156
6.3.	Synthèse et apports de l'évaluation des performances mécaniques	157
Conclusion générale		159
Perspectives		165
Références.....		167
Liste des tableaux.....		185
Liste des figures.....		187
Annexe 1.....		196
Annexe 2.....		197
Annexe 3.....		200

Introduction générale

Ce manuscrit de thèse présente une étude sur la formulation et les performances d'un enduit de finition à base de poudre de tuffeau et de chaux, développé pour reproduire au plus près l'esthétique des parois des bâtiments anciens en pierre de tuffeau afin de promouvoir leur réhabilitation thermique. Cette étude adopte une démarche visant à réduire l'impact environnemental des enduits fins et la surexploitation des ressources minérales, en utilisant des matières premières à faible impact environnemental ou issues de déchets de matériaux naturels de carrière.

1. Contexte de la thèse

L'augmentation de la concentration de gaz à effet de serre (GES) dans l'atmosphère entraîne des dommages graves pour la planète, telles que le réchauffement climatique et l'acidification des océans. Le secteur du bâtiment génère 7 % des émissions de GES à l'échelle mondiale [1]. En France, ce secteur est responsable d'environ 20 % des émissions de GES [2]. Dans la région Centre-Val de Loire, le secteur du bâtiment contribue à hauteur de 25 % aux émissions totales de GES [3]. Les activités humaines sont la principale source d'émission de GES, qui ont augmenté de 51 % entre 1990 et 2020 [4]. Le secteur du bâtiment en France constitue le principal consommateur d'énergie finale, représentant 47 % de la consommation énergétique nationale totale [4]. Cette demande énergétique est principalement due aux besoins en chauffage, climatisation, et éclairage des bâtiments. Dans le contexte de la construction de bâtiments neufs, 60 % des émissions totales de GES sont produites pendant la phase de construction, tandis que les 40 % restant sont générées durant la phase d'exploitation des bâtiments [5]. D'où l'importance d'une isolation thermique optimale dans cette phase d'exploitation, car une isolation efficace contribue à minimiser les besoins en énergie pour le chauffage et la climatisation, réduisant ainsi la consommation d'énergie fossile et les émissions de GES associées. Les répartitions des émissions de GES aux échelles mondiale, nationale et régionale sont présentées respectivement dans les figures 1, 2 et 3. La figure 4 présente la répartition de la consommation d'énergie finale en France.

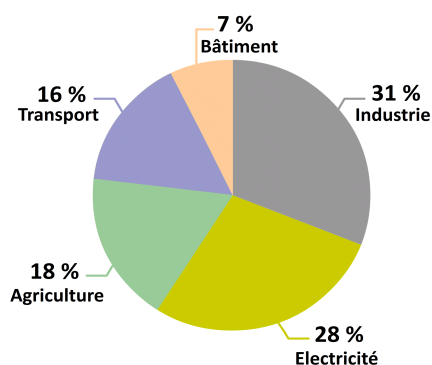


Figure 1 : Émissions mondiales de GES par secteur d'activité en 2020 [1]

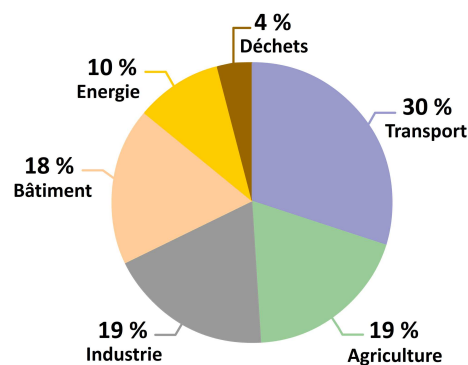


Figure 2 : Émissions de GES en France par secteur d'activité en 2021 [2]

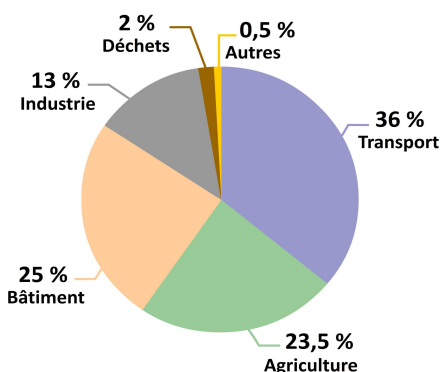


Figure 3 : Émissions de la région Centre de GES par secteur d'activité en 2018 [3]

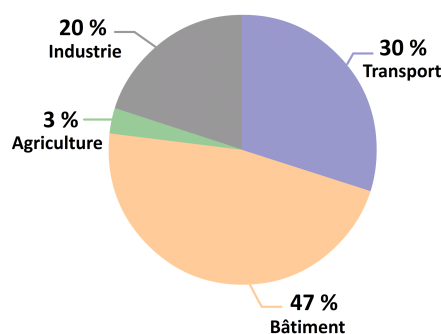


Figure 4 : Répartition de la consommation d'énergie finale en France en 2020 [4]

Le ciment de Portland est apparu au 19^e siècle et depuis, il est largement utilisé partout dans le monde. La production de ce liant nécessite une grande quantité d'énergie et contribue à la pollution de l'environnement [6]. Selon les données de l'association européenne de ciment (CEMBUREAU) en 2022, la production mondiale de ciment se situe autour de 4 milliards de tonnes [7]. La production de 1 tonne de ciment génère 0,87 tonnes de CO₂ [8]. Actuellement, l'industrie du ciment et du béton est responsable pour 8 % des émissions totales de CO₂ sur la planète [9]. En 2020, l'industrie du ciment a contribué à 16 % des émissions globales de GES générées par les différents domaines industriels [2]. La chaux, qui est un liant utilisé depuis des millénaires, représente une alternative plus écologique au ciment, car elle génère un impact environnemental plus faible. Cela en raison de sa production à une température plus basse (850°C comparée à 1450°C), qui consomme donc moins d'énergie, de sa capacité à réabsorber le CO₂ durant le durcissement par carbonatation, et de sa composition moins complexe, étant produite à partir de calcaire pur. Selon une étude publiée par Forster et al. (2020), l'emploi étendu de la chaux en substitution du ciment dans la formulation des mortiers destinés aux bâtiments anciens et neufs pourrait contribuer significativement à la réduction des émissions de CO₂ [10].

Dans l'objectif de réduire les consommations finales d'énergie et les émissions de GES associées aux activités humaines, les autorités internationales ont fixé, au fil des dernières décennies, un certain nombre de perspectives à travers différents engagements et accords internationaux (le sommet de Rio en 1992, protocole de Kyoto en 1997 et les accords de Paris en 2016). Au niveau national, la France a instauré en 2015 la loi de transition énergétique pour la croissance verte, fixant des objectifs très exigeants pour le secteur du bâtiment : une réduction des émissions de GES à hauteur de 87 % entre 2013 et 2050 et une réduction des consommations énergétiques finales à hauteur de 50% en 2050 (Source : loi transition énergétique de 2015). L'optimisation des performances thermiques des bâtiments neufs et anciens est indispensable pour atteindre ces objectifs. Depuis 1974, la France a mis en œuvre des démarches à travers diverses réglementations thermiques visant à améliorer l'efficacité

énergétique des bâtiments neufs. Les réglementations les plus récentes, la Réglementation Thermique 2012 (RT2012) et la Réglementation Environnementale 2020 (RE2020), ont été mise en place avec un objectif commun : optimiser l'isolation thermique des bâtiments pour augmenter leur efficacité énergétique et donc diminuer considérablement les consommations d'énergie associées à ce secteur. Cependant, en France, une grande partie du parc immobilier est relativement ancienne : plus de 11 millions de logements (33 % du total) ont été construits avant 1949, et près de 9 millions de logements (29 % du total) ont été construits entre 1949 et 1974 (Source, SOeS-DGFiP, Filocom 2013 [11]). Donc, 62 % des logements existants ont été construits avant 1975, année de la mise en place de la première réglementation en matière d'efficacité thermique des bâtiments. Le parc résidentiel de la région Centre-Val de Loire est majoritairement composé de bâtiments anciens (voir la figure 5). Environ 37 % des logements ont été construits avant 1950, et 63 % datent d'avant 1975. Les maisons représentent 43 % des constructions antérieures à 1950, contre seulement 7 % pour les logements collectifs de cette période. De plus, 16 % des logements dans des immeubles ont été créés entre 1949 et 1975 (Source, Annexe 1 du Plan Climat Energie Régional [13][14]).

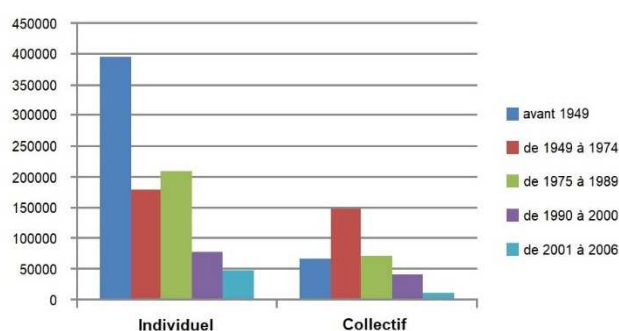


Figure 5 : Répartition des logements selon la période de construction de la région Centre-Val de Loire (Annexe 1 du Plan Climat Energie Régional [12])

Les bâtiments anciens demandent souvent une forte consommation d'énergie en raison de leurs matériaux et techniques de construction, qui n'assurent pas une isolation optimale. Par conséquent, les propriétés thermiques de ces structures ne satisfont généralement pas aux normes réglementaires actuelles en matière d'efficacité énergétique. Le chauffage constitue le principal consommateur d'énergie, représentant 75 % de la consommation énergétique du secteur du bâtiment (Source, Annexe 1 du Plan Climat Energie Régional [12]). Un bâtiment bien isolé nécessite moins d'énergie pour le chauffage. Les parois verticales et la couverture du bâtiment sont responsables d'une grande partie des pertes thermiques, à hauteur de 20 à 25 % et de 25 à 30 % respectivement (Figure 6). En conséquence, l'amélioration de l'isolation de ces éléments représente une démarche essentielle dans le cadre de la réhabilitation énergétique des bâtiments existants.

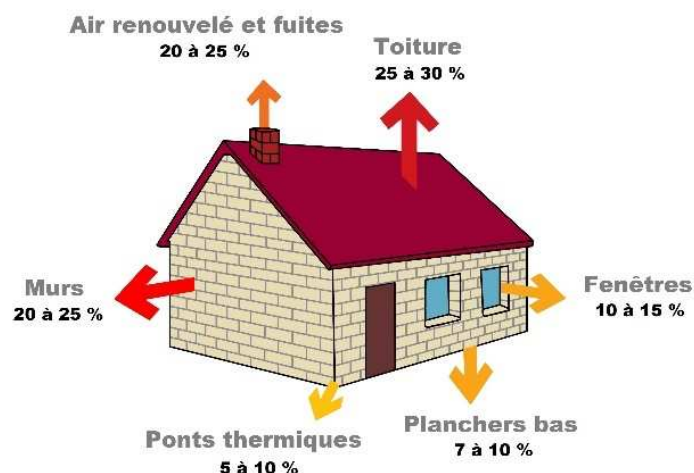


Figure 6 : Déperditions thermiques d'une maison mal isolée

De nombreux édifices anciens et historiques des régions Centre-Val de Loire et pays de la Loire sont construits en tuffeau, une pierre de taille typique de cette région, comme les fameux châteaux de la Loire (Chambord, Chaumont sur Loire, Amboise, Chenonceau, Azay-le-rideau, Ussé, Saumur, etc.), les cathédrales de Tours et de Nantes, mais aussi des mairies, des bâtiments publics ainsi que des maisons individuelles. La figure 7 présente deux célèbres châteaux en pierre de tuffeau de la région Centre-Val de Loire : les châteaux de Chambord et Chaumont sur Loire.



Figure 7 : (a) Château de Chambord; (b) Château de Chaumont sur Loire

Les bâtiments anciens en pierre de tuffeau sont typiques du Val de Loire, et ajoutent une valeur patrimoniale, architecturale et historique à la région. Outre les problèmes esthétiques engendrés par la construction neuve s'implantant dans une zone près d'un monument classé ou perturbant simplement l'esthétisme vernaculaire des façades en tuffeau des maisons traditionnelles, les interventions de réhabilitation sur les bâtiments anciens cherchent impérativement à conserver l'aspect original des façades et le caractère esthétique de la pierre. Par conséquent, la réhabilitation thermique par l'extérieur de ces bâtiments est souvent non envisageable pour préserver leur identité, caractérisée par leur apparence esthétique d'origine. La réhabilitation thermique par l'intérieur est moins optimale qu'une isolation par l'extérieure car elle entraîne la diminution du volume habitable et l'augmentation de la

condensation au niveau des parois internes, en particulier lors de l'emploi de matériaux isolants non respirants comme le polystyrène expansé. Néanmoins, elle représente actuellement la seule solution viable pour le bâtiment vernaculaire car moins préjudiciable à l'aspect du bâti ancien en tuffeau.

Depuis les premières civilisations humaines, la pierre a été largement exploitée en tant que matériau de construction. Chaque région géographique se distingue par ses variétés de roches et de pierres locales disponibles. Une fois extraite, la roche est transformée en blocs de pierre, qui sont ensuite sciés aux dimensions souhaitées en fonction des besoins. Grâce aux avancées technologiques, l'industrie d'extraction et d'exploitation de la pierre s'est fortement développée, et ce domaine est passé d'une activité quasi manuelle vers une production à grande échelle. Le sciage des pierres de taille produit de grandes quantités de résidus sous forme de poudre de pierre, généralement considérés comme des déchets. En l'absence de démarches de valorisation ou de recyclage, ces résidus sont souvent déposés dans des zones de stockage car dépourvus de toute autre fonction. La figure 8 illustre l'extraction de pierre à ciel ouvert à la carrière de tuffeau de Maquignon à Usseau dans la Vienne, ainsi que l'opération de sciage de pierre de tuffeau à l'aide d'un disque diamanté.

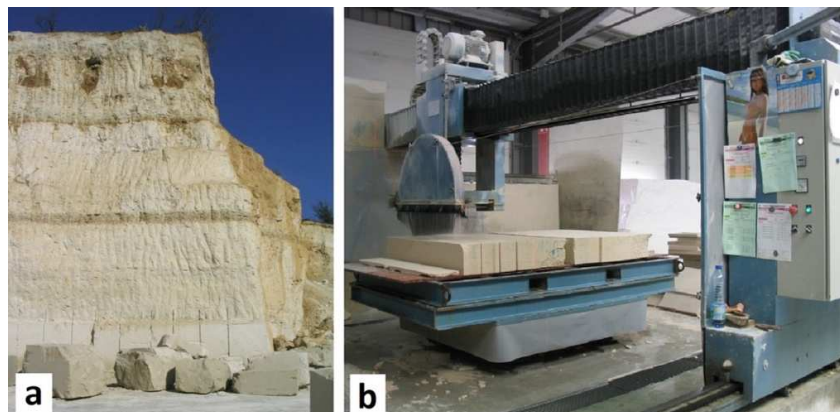


Figure 8 : Carrière de tuffeau de Maquignon à Usseau dans la Vienne : (a) Extraction à ciel ouvert à la carrière; (b) Sciage de la pierre de tuffeau à l'aide d'un disque diamanté

Le secteur du bâtiment est le premier générateur de déchets à l'échelle mondiale. Dans l'union européenne (UE), 37 % des déchets générés en 2020 provenaient du secteur de la construction, tandis que 23 % étaient issus des activités minières et des carrières [13]. Dans les carrières de pierre, la poudre de pierre est régulièrement disponible en grande quantité. L'utilisation de ce déchet minéral en tant que granulat dans la composition de mortiers et d'enduits représente un sujet de recherche scientifique de grande pertinence. Cette approche permet de diminuer l'exploitation des autres types de granulats utilisés dans les mortiers et enduits, notamment les différents types de sable naturel, et permet ainsi de réduire l'impact environnemental associé à ces activités. En effet, la croissance exponentielle dans le secteur de construction a conduit à la surexploitation de ressources naturelles pour répondre aux besoins de cette activité en matières premières. Cette exploitation intensive contribue au désordre écosystémique à travers la création de troubles environnementaux et l'altération de l'écologie locale.

Ainsi, diverses autorités ont adopté des mesures restrictives visant à limiter l'exploitation incontrôlée de certaines ressources naturelles, notamment le sable, qui constitue la matière première la plus sollicitée après l'eau. Le sable est largement utilisé dans le secteur de la construction, non seulement pour la formulation du béton et des mortiers mais aussi pour la production de verre. Des pays tels que la France, l'Espagne, l'Argentine et l'Algérie ont été touchés par un risque de pénurie de sable naturel [14]. Cela souligne l'urgence de reconsidérer les pratiques d'extraction et d'adopter une approche d'économie circulaire qui vise à valoriser les déchets inexploités dans la gestion des ressources minérales.

2. Projet RESPECT

Cette thèse s'inscrit dans le cadre du projet RESPECT, qui vise à développer un enduit de finition imitant l'aspect de la pierre de tuffeau, spécialement élaboré pour promouvoir la réhabilitation thermique des bâtiments anciens construits en tuffeau. L'acronyme RESPECT signifie : « RENovation Soutenable du Patrimoine bâti par un Enduit à la Chaux et à la Poudre de Tuffeau ». Ce projet de recherche est piloté par le laboratoire de mécanique Gabriel Lamé au sein de l'université d'Orléans (LaMé – EA7494), et financé par la région Centre-Val de Loire. En effet, une partie considérable des bâtiments existants de la région Centre-Val de Loire est édifiée en pierre de tuffeau. Aujourd'hui, la réhabilitation thermique des parements de ces structures s'avère très limitée et fait l'objet de désaccords parmi les acteurs du patrimoine, car toute intervention visant à améliorer l'efficacité énergétique des parois modifie l'aspect esthétique d'origine, ce qui entraîne la perte de l'identité patrimoniale de ces bâtiments vernaculaires du Val de Loire. Dans le but de limiter l'impact patrimonial et de le rendre plus acceptable lors de la réhabilitation de bâtiments anciens en pierre, cette étude a été initiée pour trouver un matériau hautement maniable, capable de reproduire au plus près l'aspect esthétique d'origine des parois en tuffeau après l'installation de l'isolant approprié. La figure 9 illustre la démarche adoptée pour reproduire au plus près l'esthétique d'origine d'un mur en pierre de tuffeau après l'installation de l'isolation par l'application d'un enduit de finition.

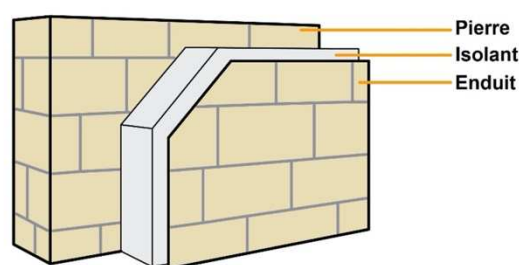


Figure 9 : Exemple de réhabilitation thermique visant à reproduire au plus près l'esthétique des parois en pierre de tuffeau après la mise en place de l'isolation grâce à un enduit de finition

Afin d'atteindre l'aspect esthétique recherché tout en contribuant à la diminution de l'impact environnemental des enduits fins et de la surexploitation des ressources minérales, l'enduit est formulé avec de la poudre de tuffeau et de la chaux aérienne, comme constituants principaux. La poudre de tuffeau est un déchet minéral généré lors du sciage des blocs de pierre de taille en carrière, et elle servira comme granulat. Le liant utilisé est la chaux aérienne, un liant assez souple qui présente un impact environnemental réduit par rapport aux liants plus rigides, comme le ciment de Portland. Le projet RESPECT est une collaboration interdisciplinaire qui mobilise plusieurs entités académiques et industrielles pour traiter la problématique de la réhabilitation des bâtiments anciens de la région Centre-Val de Loire. Il regroupe le laboratoire LaMé, le laboratoire de sciences humaines VALLOREM, l'association ENVIROBAT Centre, le cabinet d'architecture BHPR, ainsi que l'entreprise VEGA Industries. Ensemble, ces partenaires partagent leurs expertises pour apporter des solutions durables adaptées au contexte patrimonial régional. Le projet se décompose en plusieurs tâches réparties entre les partenaires : la formulation de l'enduit, l'acceptabilité sociétale de ce type de produit, la réalisation d'une réhabilitation pilote, ainsi que la médiation et la vulgarisation scientifique. Le travail présenté dans cette thèse se focalise sur la tâche de la formulation de l'enduit, réalisée principalement par le laboratoire LaMé. Pendant les différentes phases de la formulation de l'enduit, deux partenaires ont contribué de manière significative à l'étude : l'entreprise VEGA Industries, qui est une PME locale basée à Saint-Laurent-Nouan et le sixième fabricant français d'enduits et de mortiers techniques, qui est spécialisée dans la fabrication de matériaux techniques destinés à la rénovation des bâtiments anciens et des monuments historiques ; le cabinet d'architecture BHPR, qui est un bureau d'étude orienté vers l'architecture durable et l'optimisation de la performance énergétique des bâtiments. Des rencontres régulières avec ces deux partenaires ont permis de valider la formulation et de recommander la méthode d'application la plus adaptée.

3. Objectifs et enjeux

L'objectif principal de cette thèse est le développement d'un enduit de finition à base de poudre de tuffeau et de chaux aérienne, respectueux de l'environnement et de l'identité patrimoniale du Val de Loire. Pour ce faire, la formulation de cet enduit nécessite la satisfaction et l'optimisation de plusieurs critères essentiels pour garantir sa mise en place, son efficacité et sa durabilité. À l'état frais, le matériau doit présenter une haute maniabilité et une adhérence optimale, permettant une application aisée et uniforme sur la surface traitée. Une fois durci, l'enduit doit présenter une esthétique très proche à celle de la pierre de tuffeau, un retrait minimal sans fissuration, une bonne adhérence et des performances mécaniques suffisantes pour son domaine d'application. Depuis plusieurs années, l'équipe de recherche en Génie Civil du Laboratoire LaMé étudie la formulation de mortiers en utilisant la poudre de tuffeau comme granulat principal et la chaux aérienne comme liant [15 – 17]. Ces travaux précédents ont

montré que la poudre de tuffeau contient une fraction importante de minéraux argileux, d'environ 10 % en masse, et de silice amorphe, d'environ 30 % en masse. Ces fractions argileuse et siliceuse présentent un avantage car elles entraînent une réaction pouzzolanique avec la chaux, qui contribue à l'amélioration des performances mécaniques d'un enduit formulé à la chaux aérienne seule. Cependant, les grains de la poudre de tuffeau sont, eux-mêmes, très poreux et possèdent une grande capacité d'absorption d'eau, ce qui nécessite une demande en eau relativement élevée pour l'enduit à l'état frais. Cette forte demande en eau se traduit par la suite par une grande sensibilité à la dessiccation, produisant des problèmes de retrait significatifs accompagnés de fissuration et de perte d'adhérence à l'état durci. De plus, la finesse des particules de la poudre de tuffeau génère à l'état frais de l'enduit, une consistance assez dense avec une maniabilité modérée. En premier lieu, il est essentiel de déterminer la proportion optimale de chaux dans l'enduit, en se basant sur les différents critères spécifiques recherchés. Selon ces travaux précédents sur la formulation de mortiers à la poudre de tuffeau, la proportion massique optimale de chaux en termes de performances mécaniques et de propriétés hydriques est d'environ 20 % en masse. Cependant, nous anticipons que, indépendamment de la proportion de chaux ajoutée, l'enduit sans additifs (de référence) présentera systématiquement une maniabilité médiocre, une faible adhérence et un important retrait de dessiccation avec fissurations. Il est donc impératif d'optimiser la formulation en ajoutant différents additifs pour surmonter les problèmes de l'enduit et de satisfaire aux critères mentionnés précédemment. Cette étude adopte une approche multidisciplinaire qui associe l'expertise qualitative des partenaires professionnels dans le domaine des enduits et des mortiers à la rigueur quantitative de la science expérimentale dans le but de transformer un critère subjectif de l'enduit, tel que la ressemblance avec la pierre de tuffeau, en un critère objectif mesurable. Cette démarche est assurée par des consultations régulières avec l'entreprise VEGA Industries et le cabinet d'architecture BHPR tout le long des différentes étapes de la formulation. La figure 10 détaille la méthodologie adoptée dans ce travail de recherche, présentant les différents critères étudiés pour l'enduit sous deux aspects : une approche qualitative basée sur les recommandations des professionnels de l'enduit, et une évaluation quantitative à travers des tests expérimentaux capables de mesurer certains paramètres spécifiques. Cette représentation permet d'appréhender les exigences spécifiques de l'enduit ainsi que les méthodes expérimentales réalisées pour leur évaluation.

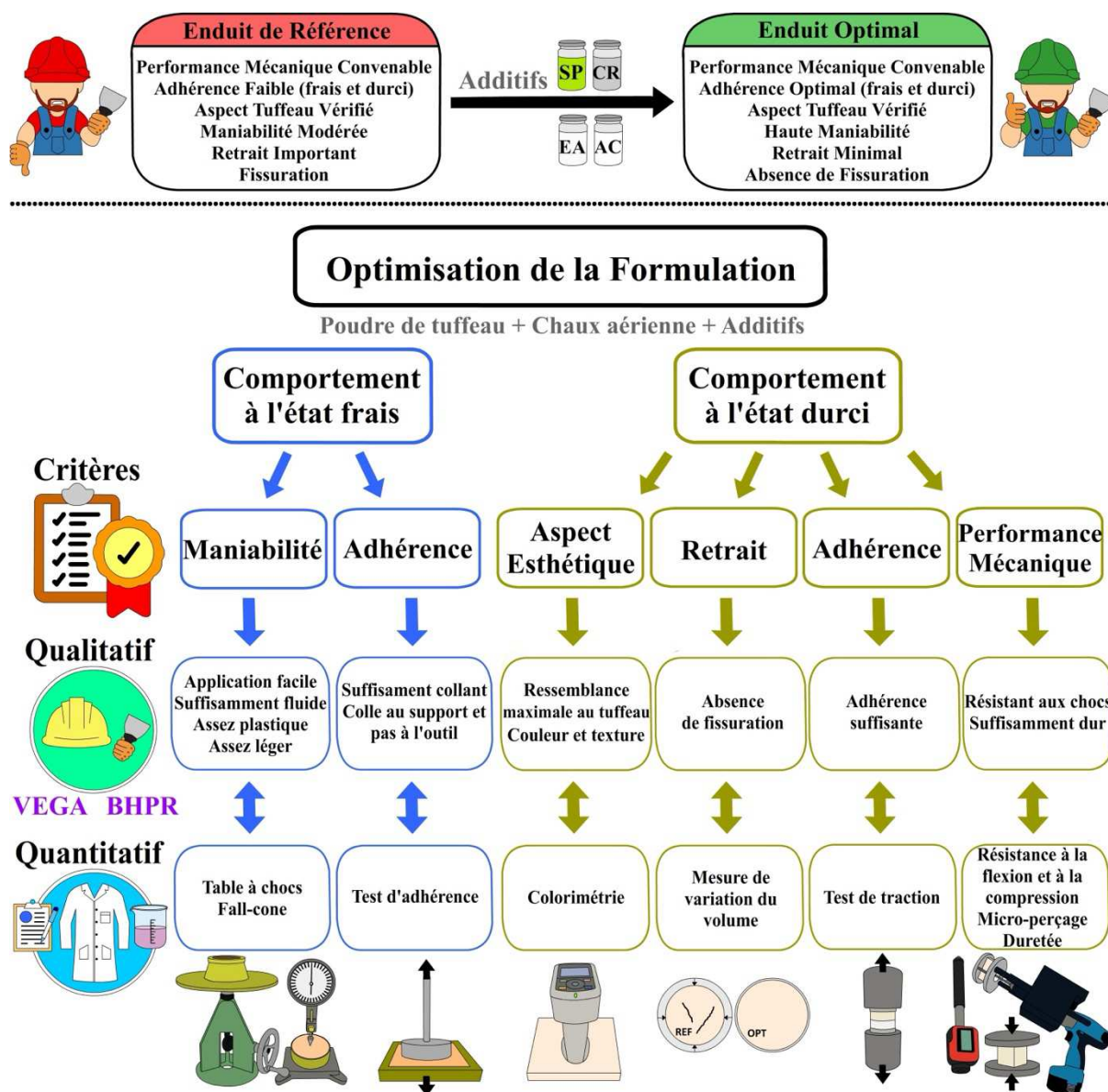


Figure 10 : Méthodologie adoptée dans cette étude pour l'évaluation et la validation des critères essentiels de l'enduit

Le premier chapitre commence par la présentation et la caractérisation des différents matériaux utilisés dans la composition de l'enduit développé : la poudre de tuffeau, la chaux aérienne, un superplastifiant (SP), un compensateur de retrait (CR), un entraîneur d'air (EA) et un agent colloïdal (AC). En plus de ces matériaux, deux granulats calcaires déjà commercialisés sont également présentés et caractérisés à des fins de comparaison. Ensuite, le chapitre se poursuit par une étude de pré-formulation qui détermine et vérifie la proportion optimale de chaux dans l'enduit selon les exigences préalablement définies. La dernière partie de ce chapitre présente l'étude d'optimisation de la formulation de l'enduit grâce à l'ajout de quatre additifs : un superplastifiant (SP) qui réduit la forte demande en eau ; un compensateur de retrait (CR) qui minimise le retrait, limite l'apparition de fissures et la perte d'adhérence ; un entraîneur d'air (EA) qui améliore la maniabilité et facilite l'application sur le support ; et un agent colloïdal (AC) qui augmente l'adhérence de l'enduit frais au support. Avec

l'objectif de répondre à l'ensemble des critères visés pour l'enduit, l'optimisation est réalisée par une analyse qualitative de l'effet des concentrations variables de chaque additif sur les critères de maniabilité et d'adhérence de l'enduit frais, ainsi que sur les critères de retrait, d'adhérence et de performance mécanique de l'enduit durci.

Les chapitres 2 et 3 présentent une campagne expérimentale qui évalue les performances des différentes formulations à l'état frais et durci. Cette enquête méthodique vise à quantifier de manière précise le rôle et l'impact de chaque additif sur les propriétés critiques de l'enduit. Le chapitre 2 aborde le comportement de l'enduit à l'état frais, notamment en termes de maniabilité et d'adhérence. L'enduit frais doit s'étaler facilement sur le support sans adhérer excessivement à l'outil, tout en assurant une adhérence suffisante pour rester fermement en place. La maniabilité a été quantifiée par une approche combinant les tests de table à choc et de fall-cone. L'adhérence à l'état frais a été évaluée sur différents supports d'application grâce à un protocole expérimental novateur, conçu et développé durant cette thèse.

Le chapitre 3 aborde le comportement de l'enduit à l'état durci, en examinant les critères de retrait, d'adhérence et de performance mécanique. L'enduit durci doit présenter un retrait de dessiccation suffisamment faible pour empêcher la formation des fissures. Il doit également manifester une bonne adhérence sur les surfaces verticales et développer des performances mécaniques suffisantes pour résister aux potentiels chocs. Le retrait a été mesuré sur des échantillons d'enduit de faible épaisseur selon différentes conditions climatiques de température et d'humidité relative. L'adhérence de l'enduit durci sur différents supports d'application a été évaluée au moyen de tests de traction directe effectués avec une presse. L'évaluation des performances mécaniques a été effectuée à travers des tests de résistance mécanique, de perçage et de dureté.

À la suite du chapitre 3, une synthèse générale est présentée afin d'offrir une vue d'ensemble du travail réalisé et de récapituler les principaux résultats obtenus dans cette thèse. Pour conclure, des suggestions d'optimisation de certaines performances de l'enduit sont proposées, mettant en évidence des pistes d'amélioration potentielles pour renforcer l'efficacité de l'enduit. Ces perspectives visent également à orienter les futurs travaux de recherche.

Chapitre 1 : Optimisation de la formulation

1. Introduction.....	11
2. Revue de la littérature : Formulation d'enduits et de mortiers	11
3. Matériaux et matières premières	14
3.1. Le granulat	15
3.1.1. Le tuffeau	16
3.1.1.1. Caractéristiques physiques et mécaniques.....	16
3.1.1.2. Composition minéralogique.....	17
3.1.1.3. Morphologie des minéraux constitutifs	18
3.1.1.4. La poudre de tuffeau	18
3.1.2. Analyse granulométrique	20
3.1.2.1. Reproductibilité de la poudre de tuffeau	20
3.1.2.2. Influence de la Méthode de fabrication	20
3.1.2.3. Sables utilisés.....	21
3.1.3. Masse volumique apparente et finesse des granulats.....	22
3.2. Le liant	24
3.2.1. La chaux	25
3.2.1.1. La chaux aérienne	26
3.2.1.2. La chaux hydraulique	26
3.2.2. Caractéristiques de la chaux CL90 utilisée.....	26
3.3. Les additifs.....	27
3.3.1. Les réducteurs d'eau.....	27
3.3.2. Les compensateurs de retrait	28
3.3.3. Les entraîneurs d'air	28
3.3.4. Les modificateurs de rhéologie	29

3.3.5.	Caractéristiques des additifs utilisés.....	30
4.	Pré-formulation : étude préliminaire	30
4.1.	Méthodologie de formulation.....	32
4.1.1.	Demande en eau	32
4.1.1.1.	Limites de plasticité, limites d'Atterberg	32
4.1.1.2.	Consistance avec la table à choc.....	32
4.1.2.	Dosage des constituants.....	33
4.1.2.1.	Mise en œuvre, observations visuelles et colorimétrie	33
4.1.2.2.	Performance mécanique et retrait	33
4.2.	Résultats de l'étude préliminaire.....	34
4.2.1.	Détermination de la demande en eau optimale.....	34
4.2.2.	Détermination de la proportion optimale de chaux	35
4.2.2.1.	Mise en œuvre, observations visuelles et colorimétrie	35
4.2.2.2.	Résistance à la compression et retrait	37
4.3.	Synthèse et apports de la pré-formulation	38
5.	Optimisation de la formulation.....	39
5.1.	Méthodes.....	40
5.1.1.	Demande en eau	41
5.1.1.1.	Consistance avec la table à choc.....	41
5.1.2.	Évaluation de la mise en œuvre et du retrait	41
5.2.	Résultats et discussion	42
5.2.1.	Superplastifiant (SP).....	42
5.2.2.	Compensateur de retrait (CR).....	44
5.2.3.	Entraîneur d'air (EA).....	46
5.2.4.	Agent colloïdal (AC).....	48
5.3.	Synthèse et apports de l'utilisation des ajouts.....	50

Chapitre 1 : Optimisation de la formulation

1. Introduction

Ce chapitre est présenté en trois grandes parties : tout d'abord, une présentation suivie d'une caractérisation des différents matériaux utilisés au cours de cette étude, à savoir la chaux aérienne, la poudre de tuffeau, les additifs et deux sables calcaires de référence. Cela afin d'étudier l'influence des différents composants de l'enduit sur ses propriétés. Deuxièmement, une étude de pré-formulation visant à déterminer la proportion optimale de chaux aérienne et de poudre de tuffeau dans le mélange de l'enduit, selon des critères esthétiques et de performance mécanique. Enfin, une étude d'optimisation de la formulation basée sur des critères de retrait et de mise en œuvre par l'ajout de quatre différents additifs, à savoir un superplastifiant, un compensateur de retrait, un entraîneur d'air et un agent colloïdal.

2. Revue de la littérature : Formulation d'enduits et de mortiers

Le développement de mortiers et d'enduits constitue actuellement un domaine dynamique de recherche scientifique. La formulation de ces matériaux dépend de la fonction visée par leur fabrication, qui peut être structurelle, thermique, protectrice, hydrique, acoustique ou esthétique. Le choix et le dosage des différents constituants de mortiers et d'enduits sont déterminés selon les fonctions spécifiques qu'ils doivent assurer. Les fonctions ciblées sont évaluées à travers des critères spécifiques, qualifiables et/ou quantifiables. L'évaluation de ces critères se fait par des tests expérimentaux, permettant de vérifier si les performances du matériau développé correspondent aux spécifications définies initialement.

Dans le but d'améliorer les propriétés de transmission hydrique ainsi que la durabilité dans les environnements humides et chargés de sel, Pavlík, Žižlavský et al. (2023) [18, 19] ont développé un mortier de réparation à base de granulats de chalcédonite et de chaux. Les critères ciblés pour ce mortier comprenaient une accélération du transport de l'eau liquide, une grande résistance face aux sels, une porosité élevée et des performances mécaniques suffisantes. Pour évaluer l'atteinte de ces propriétés, une série de tests ont été réalisés, incluant l'évaluation de la capacité de rétention d'eau, de la teneur en air, de la densité, des résistances à la compression et à la flexion, ainsi que des tests de résistance aux cycles de gel-dégel et à la cristallisation des sels. Tămaș-Gavrea et Dénes (2020) [20] ont formulé un enduit à faible impact environnemental destiné à optimiser le confort intérieur des bâtiments. Cet enduit est composé de chaux aérienne et de granulats à base de pâte de riz et de fibres de laine de mouton. À l'état durci, le matériau devait garantir une bonne adhérence ainsi que des propriétés thermiques et

acoustiques remarquables. Les tests de validation réalisés comprenaient l'évaluation de l'adhérence par le test d'arrachement, la mesure de la conductivité thermique via le flux thermique, et l'examen de l'absorption acoustique à partir des variations d'impédance acoustique. Andrejkovičová et al. (2013) [21] ont étudié la formulation d'un enduit à base de chaux aérienne et de sable siliceux, enrichie par du métakaolin et de la sépiolite, dans le but de réhabiliter les murs en terre cuite de bâtiments en pisé. Deux formulations ont été étudiées : une avec remplacement de 20 % de la chaux par du métakaolin et l'autre combinant un remplacement de 20 % de chaux par du métakaolin et 5 % par de la sépiolite. Le matériau développé devait assurer une compatibilité avec les matériaux existants, une bonne adhérence au support, des performances mécaniques acceptables et une durabilité améliorée. L'évaluation de ces propriétés a été réalisée à travers des tests d'arrachement pour quantifier l'adhérence, de résistances à la compression et à la flexion, ainsi que la mesure de la vitesse de propagation des impulsions ultrasonores pour l'estimation de la résistance, de mesure de la résistance superficielle à l'aide d'un scléromètre, ainsi que des tests de résistance aux cycles de vieillissement pour évaluer la durabilité. Ismail et al. (2020) [22] ont élaborés un enduit de finition conçu spécialement pour protéger les bio-composites des conditions environnementales, tout en assurant une isolation thermique supplémentaire et en améliorant le confort hygrothermique des bâtiments. La formulation de l'enduit comprenait de la chaux (chaux commerciale recomposée : Tradical), du sable calcaire, de la paille céréalière broyée finement, ainsi que de la caséine et de l'hémoglobine ajoutés comme additifs. Les critères recherchés pour cet enduit incluaient une conductivité thermique réduite, une bonne résistance mécanique et une bonne adhérence. La vérification de la conformité aux critères définis a été effectuée à travers un ensemble de tests expérimentaux, incluant des tests d'adhérence par arrachement, des mesures de conductivité thermique par la méthode du fil chaud, ainsi que des évaluations de la résistance à la compression et à la flexion. Dans l'objectif de restaurer les bâtiments historiques tout en améliorant leur efficacité thermique, Pavlík et al. (2022) [23] ont développé un mortier isolant léger à base de chaux, intégrant des granulats de verre expansé en remplacement partiel du sable siliceux. Cette substitution partielle vise à conférer au mortier, une grande isolation thermique, une porosité élevée, une perméabilité à la vapeur d'eau, une compatibilité avec les matériaux existants et une durabilité prolongée. La confirmation de ces propriétés a été étudiée à travers une série de tests comprenant la mesure de la rétention d'eau et de l'absorption d'eau, la quantification de la teneur en air, des tests de résistance à la flexion et à la compression, la caractérisation de la distribution des tailles de pores par porosimétrie à intrusion de mercure, l'analyse de la microstructure au microscope électronique à balayage, ainsi que la détermination de la conductivité thermique à sec et de la capacité calorifique volumétrique, et enfin la résistance au gel et à la cristallisation des sels. Rebelo et al. (2024) [24] ont mené une recherche sur le développement de mortiers innovants qui intègrent des matériaux à changement de phase et des sous-produits de l'industrie d'acier, dans le but d'optimiser les performances de système de plancher radiant. Les formulations de ces mortiers comprennent également le ciment Portland, des particules fines de moins de 0,5 mm, et du calcaire grossier. Deux compositions

distinctes ont été développées : la première emploie un granulat à base d'un matériau à changement de phase à base de paraffine d'origine biologique pour augmenter la capacité de stockage thermique, et la seconde emploie un granulat à base d'acier inerte pour améliorer la conductivité thermique. L'efficacité de ces mortiers a été évaluée sous conditions de chauffage continu et intermittent par des mesures de conductivité thermique et de capacité thermique spécifique. Avec l'objectif de formuler un mortier imprimable à base de sable recyclé, destiné à la conception de mobilier urbain, Al Thib et al. (2023) [25] ont développé une méthodologie permettant d'obtenir les mêmes propriétés à l'état frais et durci suite à la substitution intégrale du sable naturel par du sable recyclé issu de déchets de construction et démolition. La formulation du mortier inclut le ciment de Portland, le sable recyclé, un superplastifiant et un agent modificateur de viscosité. Le mortier développé est censé assurer une maniabilité appropriée, une performance mécanique robuste ainsi qu'une excellente imprimabilité, caractérisée des paramètres de pompabilité, d'extrudabilité et de constructibilité. Pour assurer la validité de ces propriétés, des prototypes de différentes formes ont été imprimés à grande échelle en utilisant un robot. De plus, des tests de maniabilité, comme la table à chocs et le fall-cone, ont été effectués. En effet, au cours des dernières années, une hausse significative des recherches portant sur l'emploi d'agrégats recyclés dans les bétons et mortiers a été observée, valorisant ainsi les déchets issus des carrières [26 - 29], de l'industrie [30, 31], des activités de déconstruction et de démolition [32 - 36]. Cette démarche centrée sur la construction durable contribue à la préservation des ressources naturelles et à la protection de l'environnement.

Les effets des granulats sur les propriétés d'un mortier sont liés à la forme et à la taille de ses particules ainsi qu'à leurs caractéristiques, comme la composition minéralogique, la porosité et la résistance. Par conséquent, le choix du granulat utilisé dans un mortier a un effet significatif sur sa maniabilité, ses variations de volume, ses performances mécaniques et sa durabilité [37 - 39]. L'emploi d'un granulat fin a un impact significatif sur la maniabilité du mortier frais. Selon Westerholm, un mortier formulé avec un agrégat ayant une fraction fine importante présente une consistance dense, collante et difficile à manipuler à cause d'un frottement accru entre les particules [37]. La forme du granulat a également un impact sur la maniabilité du mortier. En effet, un mortier frais préparé avec des granulats arrondis est plus facile à manipuler comparé à un mortier préparé avec des granulats anguleux [40, 41]. La taille des particules du granulat contribue significativement aux variations volumiques observées dans le mortier une fois durci. Par exemple, la poudre de pierre calcaire, caractérisée par une fraction fine significative, une surface spécifique élevée et une grande capacité de rétention d'eau [15 - 17, 42]. Ces caractéristiques entraînent une demande en eau élevée lors de la formulation d'un mortier, qui se traduit par un retrait de dessiccation important, susceptible de causer une éventuelle fissuration. La résistance mécanique d'un mortier varie en fonction du type de granulat utilisé. Lanas et al. [40] ont mené une étude sur l'effet du type et de la forme des granulats sur les performances mécaniques des mortiers à la chaux aérienne. Ils ont montré que les mortiers préparés avec du sable calcaire concassé

développent des résistances supérieures à ceux préparés avec du sable siliceux. Cette augmentation de la résistance est principalement attribuable à l'absence de discontinuités entre la matrice du liant et les granulats de même nature, facilitant ainsi une meilleure cohésion au sein du mortier. Concernant la durabilité, Degryse et al. [43] ont montré que les mortiers à la chaux préparés avec des granulats calcaires et volcaniques ont une grande porosité et présentent ainsi une bonne résistance au gel-dégel. Ils ont montré aussi que l'utilisation de céramiques concassés améliore l'étanchéité du mortier, augmentant ainsi sa durabilité [43].

3. Matériaux et matières premières

Dans l'objectif de réduire la surexploitation des ressources granulaires et de minimiser l'impact environnemental des enduits fins, les matériaux utilisés pour composer l'enduit proposé dans cette étude sont la poudre de tuffeau et la chaux aérienne. La poudre de tuffeau remplace totalement le sable dans la composition de l'enduit. Cette poudre représente un gisement important provenant d'un déchet inexploité de carrière généré pendant le sciage des blocs de pierre de taille en tuffeau. Le liant utilisé est la chaux aérienne CL 90, un liant assez souple ayant un faible impact environnemental comparé à d'autres liants, comme le ciment Portland.

Quatre types d'additifs sous forme de poudre ont été utilisés pendant l'étude : un superplastifiant (SP), un compensateur de retrait (CR), un entraîneur d'air (EA) et un agent colloïdal (AC). Ces additifs ont été recommandés et fournis par l'entreprise partenaire VEGA. VEGA Industries est un fabricant français d'enduits et de mortiers destinés à la rénovation des habitations anciennes et des édifices historiques. Afin de pouvoir comparer les caractéristiques de la poudre de tuffeau avec des agrégats déjà employés dans la fabrication des mortiers, deux sables calcaires prêts à l'emploi de granulométries différentes (fine et grosse), produits et fournis également par l'entreprise VEGA, ont été caractérisés.

À différents moments de l'étude, le sable calcaire a été utilisé pour substituer la poudre de tuffeau dans la composition de certains mortiers. Cette approche visait à mettre en comparaison les performances des mortiers formulés avec la poudre de tuffeau face à celles du mortier formulé avec le sable calcaire. Beck et al. [15 - 17] ont déjà étudiés l'utilisation de la poudre de tuffeau dans l'élaboration de mortiers à base de chaux aérienne. Dans leurs travaux, une poudre de tuffeau préparée par broyage de blocs de pierre au laboratoire a été utilisée. Pour notre part, la poudre de tuffeau est produite lors du sciage de blocs de pierre à la carrière (carrière MAQUIGNON). Étant donné que les méthodes de fabrication de la poudre sont différentes, il était pertinent de comparer les caractéristiques des deux poudres. D'où, un échantillon de l'ancienne poudre de tuffeau utilisée par Beck a été également étudié.

Des tests de caractérisation ont été effectués sur la poudre de tuffeau et sur les différents matériaux utilisés. Les trois sables utilisés (poudre de tuffeau, sable calcaire fin et sable calcaire gros) ont été caractérisés par une analyse granulométrique réalisée avec une série de tamis (norme NF EN 933-1), deux mesures de la masse volumique apparente selon la méthode du cône d'écoulement et de Rigden (norme NF EN 932-2), un test au bleu de méthylène (norme NF EN 933-9) et un essai de propreté des sables (norme NF EN 933-8). Afin de vérifier la reproductibilité de la poudre de tuffeau, les tests ont été effectués sur les deux lots de poudre reçus avec un an d'intervalle. Dans le but d'étudier l'impact de la méthode de fabrication de la poudre de tuffeau sur la taille et la finesse des grains, les mêmes tests ont été effectués sur l'ancienne poudre de tuffeau produite par broyage. Concernant le liant, la finesse de la chaux aérienne a été déterminée par un test de surface spécifique suivant la méthode de Blaine (norme NF EN 196-6). Les valeurs présentées correspondent à la moyenne obtenue de trois échantillons pour chaque matériau et chaque test. La composition, les caractéristiques et les dosages recommandés des additifs sont obtenus à partir des fiches techniques.

La figure 11 illustre l'ensemble des matériaux utilisés au cours de l'étude, à l'exception de l'ancienne poudre de tuffeau produite par broyage. Dans la suite, les différents composants de l'enduit sont abordés, ainsi que leur influence sur ses caractéristiques.



Figure 11 : (a) Poudre de tuffeau ; (b) Chaux aérienne ; (c) Superplastifiant ; (d) Compensateur de retrait ; (e) Entraîneur d'air ; (f) Agent colloïdal ; (g) Sable calcaire fin ; (h) Sable calcaire gros

3.1. Le granulat

Les granulats sont principalement des matériaux naturels prélevés en grande quantité de divers environnements sur terre. Leur provenance (rivière, carrière, etc.) et les techniques employées pour leur extraction et leur élaboration déterminent la forme, la taille et les propriétés de leurs particules. Parmi

les granulats, on trouve les sables, les gravillons, les pierres concassées et les matériaux recyclés. Dans les formulations de mortier, il est courant d'utiliser des sables de nature siliceuse ou calcaire ; cependant, l'emploi de sables recyclés a augmenté significativement au cours des dernières années [26 - 36]. Il est nécessaire d'avoir une quantité suffisante et appropriée de granulat afin d'assurer une liaison mécanique adéquate avec le liant. Selon différents auteurs, un taux d'agrégat d'environ 75 % du volume total est généralement considéré comme convenable pour les mortiers [44 - 48].

Pour notre étude, le granulat utilisé pour la formulation de l'enduit est la poudre de tuffeau, produite lors du sciage des blocs de pierre de taille à la carrière MAQUIGNON (figure 12) située à Usseau dans le département de la Vienne. Des sables calcaires de référence ont également été utilisés à des fins de comparaison.



Figure 12 : Sciage des pierres de tuffeau, carrière Maquignon (Vienne)

3.1.1. Le tuffeau

3.1.1.1. Caractéristiques physiques et mécaniques

Le tuffeau est une pierre calcaire sédimentaire à grains fins de couleur blanchâtre à son état sec et de couleur gris-verdâtre à l'état humide. C'est une pierre typique de la région Centre-Val de Loire, légère, relativement ductile et facile à sculpter, ce qui explique son utilisation étendue dans la construction de monuments historiques de la région. Le tuffeau a une faible résistance à la compression de l'ordre de 10 MPa à son état sec et de 5 MPa à son état saturé [15]. La classification des roches de l'ISRM (International Society for Rock Mechanics), basée sur la résistance à la compression, est présentée dans le tableau 1 [49]. Selon cette classification, le tuffeau est considéré comme une roche tendre, avec une résistance à la compression comprise entre 5 et 25 MPa. La présence d'eau joue un rôle crucial sur la résistance d'un matériau, cela est dû au pouvoir mouillant et lubrifiant de l'eau, qui diminue l'énergie de contact entre les grains et affaiblit les liens de frottement entre les particules solides. De ce fait, l'eau facilite le glissement entre les particules lorsqu'une charge mécanique est appliquée. Le tuffeau a une très grande porosité (autour de 45 %), une forte capacité de rétention d'eau et une surface spécifique importante [15]. Les pentes des courbes de prise de masse et de migration de

la frange capillaire, également appelés coefficients d'imbibition massique A et visuel B, quantifient la cinétique d'imbibition pour une pierre. Dans le cas du tuffeau, ces coefficients sont relativement élevés, témoignant ainsi d'une rapide capacité d'imbibition. Dans un milieu à forte humidité, le tuffeau peut absorber une quantité d'eau assez importante grâce à son aptitude de capter facilement l'humidité de l'air. Selon les travaux de thèse de Beck en 2006 [15], le tableau 2 résume les principales caractéristiques du tuffeau.

Tableau 1 : Classification ISRM des roches selon la résistance à la compression (R_c)

R_c [MPa]	< 1	1 - 5	5 - 25	25 - 50	50 - 100	100 - 250	> 250
Roche	Extrêmement tendre	Très tendre	Tendre	Moyennement résistante	Résistante	Très résistante	Extrêmement résistante

Tableau 2 : Caractéristiques principales de la pierre de tuffeau (Beck, 2006)

Masse volumique apparente [g/cm^3]	$1,31 \pm 0,01$
Masse du squelette solide [g/cm^3]	$2,55 \pm 0,01$
Porosité à l'eau [%]	$48 \pm 0,01$
Porosité au mercure [%]	$\simeq 43$
Surface spécifique [m^2/g]	$\simeq 23$
Coefficient d'imbibition massique A [$g/cm^2/min^{1/2}$]	$0,39 \pm 0,03$
Coefficient d'imbibition visuel B [$cm/min^{1/2}$]	$1,04 \pm 0,05$
Diamètre seuil d'accès au mercure [μm]	$\simeq 5$
Résistance à la compression - état sec [MPa]	$11,6 \pm 0,4$
Résistance à la compression - état saturé [MPa]	$5,0 \pm 0,4$
Résistance à la traction - état sec [MPa]	$1,48 \pm 0,09$
Résistance à la traction - état saturé [MPa]	$0,51 \pm 0,06$

3.1.1.2. Composition minéralogique

Le tuffeau est classifié dans la catégorie des roches silico-calcaires, définies par une composition mixte intégrant de la silice et du carbonate de calcium. Plus en détail, cette roche comporte une concentration de calcite ($CaCO_3$) de l'ordre de 50 %. De plus, elle contient une quantité significative de silice (SiO_2), principalement sous forme d'opale cristobalite-tridymite (opale-CT) de l'ordre de 30 %, de quartz de l'ordre de 10 %, ainsi que des minéraux argileux tels que l'illite, la glauconite, la clinoptilolite et les smectites, qui constituent environ 10 % [15]. La figure 13 présente la composition minéralogique de la pierre de tuffeau.

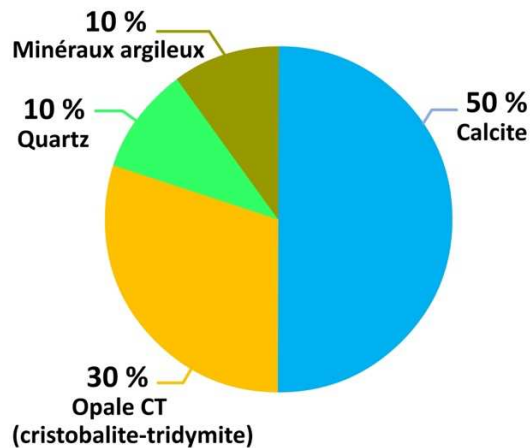


Figure 13 : Composition minéralogique de la pierre de tuffeau [15]

3.1.1.3. Morphologie des minéraux constitutifs

La taille et la forme des grains du tuffeau présentent une grande variété. Le tuffeau contient de gros grains anguleux de quartz d'une taille moyenne avoisinant les 100 μm , ainsi que de la calcite sparitique aux contours arrondis, de la glauconite verdâtre et des paillettes fines de mica associées à de la calcite micritique, ainsi que des fragments coquilliers provenant de fossiles marins. Les sphérules d'opale CT ont une taille moyenne de 10 μm , et se distinguent par leur uniformité [15].

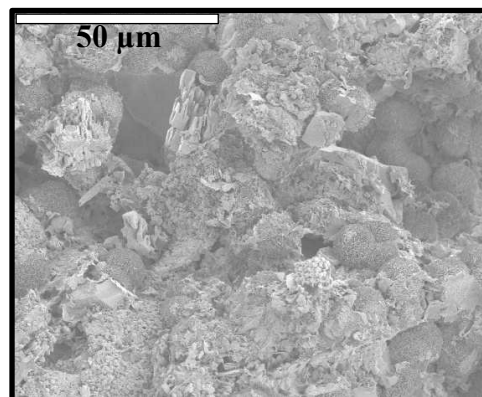


Figure 14 : Image MEB du tuffeau blanc (x500)
(Beck, 2006)

3.1.1.4. La poudre de tuffeau

Cette poudre présente une composition minéralogique identique à celle de la pierre dont elle est dérivée. Deux lots de poudre de tuffeau ont été livrés par la carrière : un premier grand sac contenant 500 kg au début de l'étude (figure 15.a) ; un second grand sac avec la même quantité un an plus tard. À chaque réception de lot, la teneur en eau de la poudre de tuffeau à la surface et au fond du sac a été mesurée. Pour ce faire, cinq échantillons de 100 g ont été prélevés de chaque zone puis placés dans une

étuve à 105 °C jusqu'à stabilisation de leur masse. Les résultats de la teneur en eau de ces deux lots sont présentés dans le tableau 3.

Tableau 3 : Teneurs en eau de la poudre de tuffeau à la réception

	Teneur en eau – surface [%]	Teneur en eau – fond [%]
Lot 1	15,9 ± 0,16	17,15 ± 0,27
Lot 2	14,4 ± 0,3	16,10 ± 0,25

La poudre de tuffeau présente une teneur en eau assez importante à la réception d'environ 15 %. Cette eau provient de l'opération de découpe des blocs de pierre qui nécessite un arrosage continu à l'eau. Il était donc indispensable de sécher la poudre de tuffeau avant de la stocker. Le grand sac a été déployé à l'intérieur du laboratoire sur une surface de 24 m², à l'abri du soleil (figure 15.b). Ensuite, la poudre a été quotidiennement remuée afin d'exposer la plupart des grains à l'air, assurant ainsi un séchage homogène. Au bout de deux semaines, la poudre de tuffeau a été collectée et mise dans des seaux hermétiques de 15 L. À la suite du séchage, la teneur en eau a été déterminée pour 10 seaux distincts. Trois échantillons de 100 g ont été prélevés de chaque seau puis placés dans une étuve à 105 °C jusqu'à ce que leur masse se stabilise. Pour les deux lots de poudre de tuffeau, la teneur en eau dans les différents seaux se situait entre 2 et 3,5 %, ce qui correspond à la teneur en eau de la pierre de tuffeau en équilibre avec l'humidité de l'air ambiant en laboratoire (HR=50%). En effet, il n'est pas possible de sécher complètement une poudre de tuffeau de cette manière en raison du caractère naturellement hygroscopique du tuffeau. Ce n'est pas non plus forcément souhaitable, car une poudre de tuffeau séchée totalement (e.g. après un passage à l'étuve à 105°C) serait plus difficile à conserver dans cet état. Ensuite, la poudre de tuffeau a été tamisée à travers d'un tamis de 2 mm, le passant représente plus de 99% de la masse initiale tamisée. La partie qui ne traverse pas le tamis de 2 mm est composée de grains plus gros et d'éclats de pierre, la figure 15.c présente le refus sur un tamis de 2 mm pour une masse de 100 kg de poudre de tuffeau.

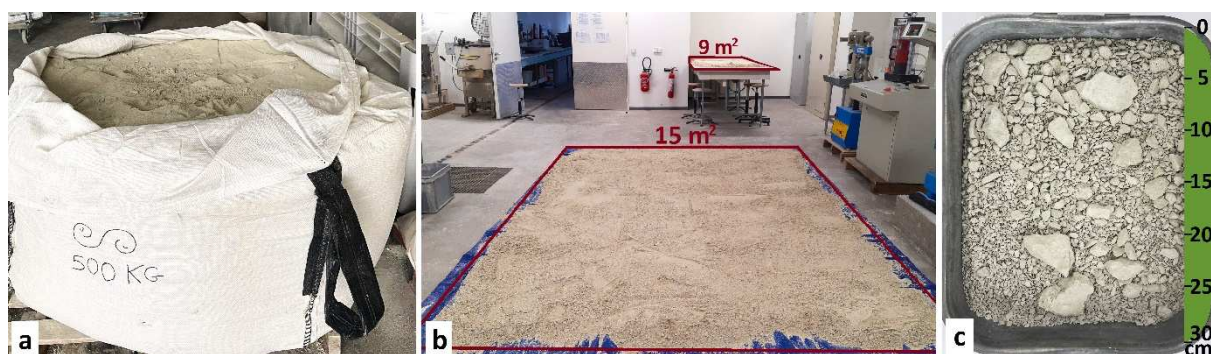


Figure 15 : (a) Réception de grand sac de 500 kg de poudre de tuffeau ; (b) Séchage de la poudre de tuffeau pendant deux semaines ; (c) Refus de tamisage sur un tamis de 2mm pour 100 kg de poudre de tuffeau

3.1.2. Analyse granulométrique

3.1.2.1. Reproductibilité de la poudre de tuffeau

Les deux lots de poudre de tuffeau, reçus à un an d'intervalle, proviennent de la même carrière et ont été produits lors de l'utilisation de la même scie diamantée. Les courbes granulométriques des deux lots présentées à la figure 16 ont relevé que, les grains des deux lots possèdent des tailles très similaires, ce qui démontre l'uniformité dans leur méthode de fabrication. Cette similitude est attribuable à l'emploi d'une méthode de sciage identique sur des pierres de même origine. Une granulométrie reproductible et contrôlée est fondamentale pour maintenir les performances globales de l'enduit et pour assurer la durabilité de la production.

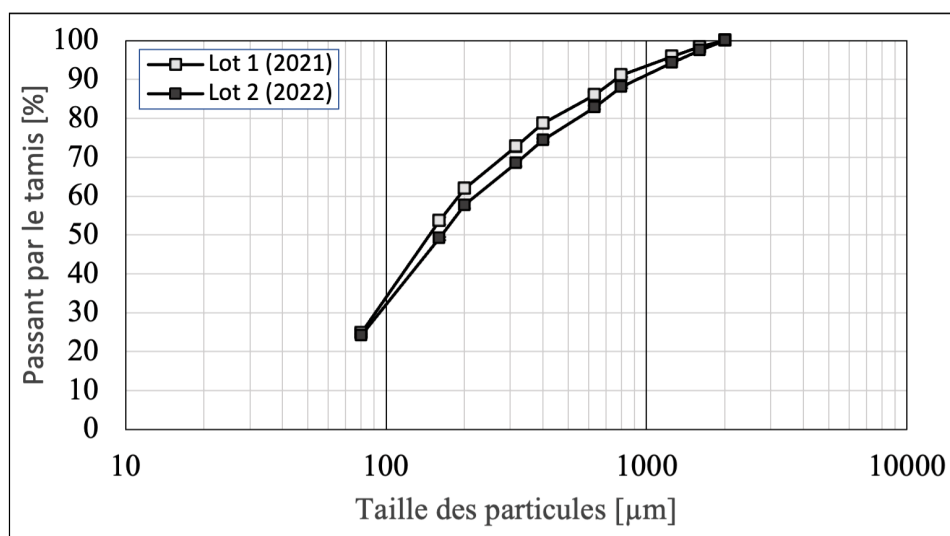


Figure 16 : Granulométrie des deux lots de poudre de tuffeau

3.1.2.2. Influence de la Méthode de fabrication

La figure 17 présente la taille des grains de la poudre de tuffeau obtenue par broyage des blocs de pierre au laboratoire, comparée à celle de la poudre produite lors du sciage des blocs de pierre à la carrière. Il est notable que la granulométrie des deux poudres est totalement similaire pour les grains ayant une taille supérieure ou égale à 160 µm. Concernant les grains mesurant moins de 80 µm, la poudre obtenue par broyage contient 30 % de grains fins en moins par rapport à la poudre issue du sciage. Donc, la poudre de tuffeau utilisée dans l'étude de Beck en 2008 [16], et résultante du broyage des blocs de pierre s'avère être un peu plus grossière. On peut donc déduire que la poudre de tuffeau présente une granulométrie relativement constante, mais que la finesse des grains dépend de la méthode employée lors de la fabrication de la poudre.

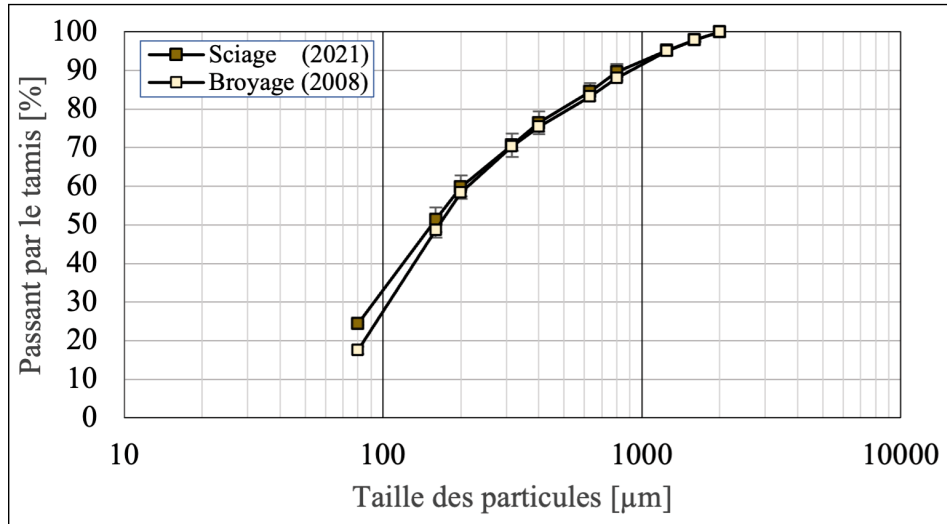


Figure 17 : Granulométrie de la poudre de tuffeau selon les deux méthodes de fabrication : sciage et broyage des blocs de pierre

3.1.2.3. Sables utilisés

Les résultats de l'analyse granulométrique des deux différents sables sont présentés dans la figure 18. La courbe granulométrique de la poudre de tuffeau correspond à la moyenne des deux lots. On observe une différence significative entre la taille des grains des trois sables. La poudre de tuffeau est relativement fine, la majorité des grains mesurent moins de 200 μm , plus de 50 % des grains ont une taille inférieure à 160 μm et près de 25 % des grains ont une taille inférieure à 80 μm . Concernant les sables calcaires, le sable qualifié de fin selon le fabricant (VEGA Industries) contient environ 30 % de grains mesurant moins de 200 μm et près de 6 % de grains de taille inférieure à 80 μm (quatre fois moins que la poudre de tuffeau). Toutefois, ce sable ne contient que 4 % de grains mesurant plus de 630 μm , soit quasiment quatre fois moins que la poudre de tuffeau qui en contient 15 %. Quant au sable décrit comme gros par VEGA, la plupart de ses grains ont une taille supérieure à 630 μm , et seulement 0,5 % des grains ont une taille inférieure à 80 μm . Une quantité plus importante de fines dans le sable augmente sa surface spécifique, ce qui se traduit par une plus grande capacité d'absorption d'eau, entraînant ainsi une demande en eau plus élevée pour la préparation de l'enduit [15 - 17, 42].

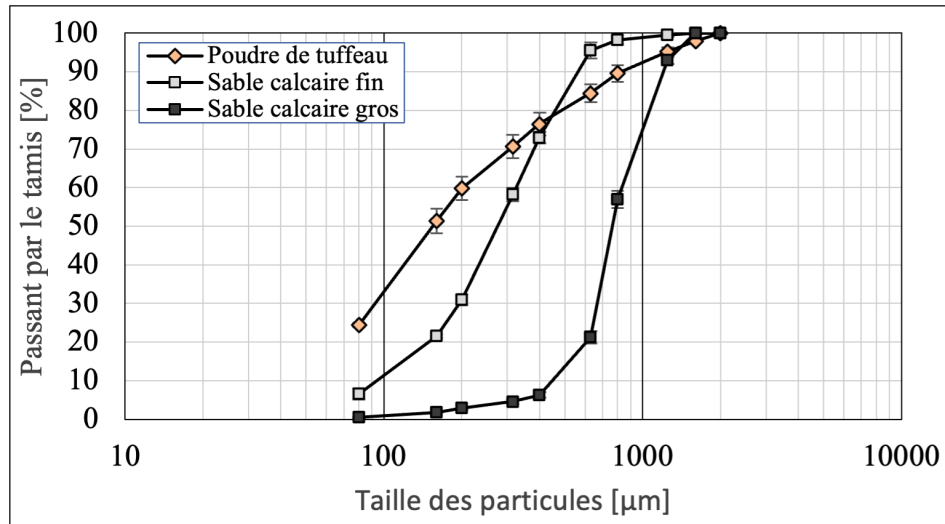


Figure 18 : Granulométrie des trois sables : poudre de tuffeau, sable calcaire fin et sable calcaire gros

3.1.3. Masse volumique apparente et finesse des granulats

La masse volumique apparente (MVA) et la finesse des granulats étudiés ont été déterminées à travers différents tests, y compris le cône d'écoulement à sable, l'appareil de Rigden, le test de bleu de méthylène et le test de propreté des sables. Le cône d'écoulement permet d'évaluer la masse volumique apparente d'un sable à sec, en considérant exclusivement le tassement induit par le poids propre du matériau. Concernant l'appareil de Rigden, il permet d'évaluer la masse volumique apparente maximale du sable à sec en lui appliquant un tassement normalisé par vibration. En effet, la densité maximale est atteinte lorsque les particules sont agencées de manière très serrée dans le plus petit volume, avec un minimum de vides entre elles. La différence entre les valeurs obtenues des deux méthodes donne une indication sur le volume des vides entre les grains et sur la compacité du sable. La valeur de l'équivalent de sable (SE) indique la proportion de particules fines (taille inférieure à 80 μm) présentes dans le sable par rapport à l'ensemble des particules. Le SE varie entre 0 et 100, plus la valeur de SE s'approche de 100, moins un sable contient des fines et plus il est considéré comme propre. En revanche, lorsque la valeur de SE s'approche de 0, cela signifie que le sable contient beaucoup de fines et donc considéré comme moins propre. Le test au bleu de méthylène est un test complémentaire à l'équivalent de sable pour évaluer la propreté d'un sable. Ce test est considéré lorsque la valeur de SE est inférieure à 60. Car un SE inférieur à 60 pourrait être attribuée à l'incorporation accidentelle de fines inertes ou à une présence excessive d'argiles. Ce test permet d'identifier et de quantifier la présence de fines de nature argileuse. En effet, les argiles gonflantes adsorbent fortement le bleu de méthylène. En mesurant la quantité de bleu de méthylène nécessaire pour saturer un échantillon de 100 g du sable étudié, on peut déterminer la valeur de bleu de ce sable, qui est un critère essentiel pour la classification des sols. La figure 19 présente la classification des sols selon la valeur de bleu.

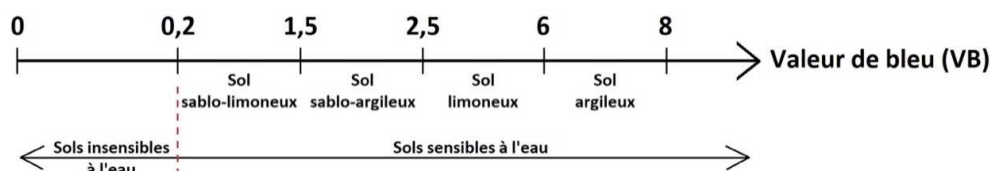


Figure 19 : Classification des sols selon la valeur de bleu

Les tests mentionnés ont été réalisés sur les deux lots de poudre de tuffeau, ainsi que sur les deux sables calcaires (fin et gros) proposés par VEGA pour la comparaison. Les résultats présentés correspondent à la moyenne d'un minimum de trois échantillons pour chaque test. Le tableau 4 présente les résultats des tests de caractérisation, y compris les mesures de la masse volumique apparente (MVA) par le cône d'écoulement et Rigden, ainsi que les valeurs de bleu de méthylène et de l'équivalent de sable.

Tableau 4 : Résultats des tests de caractérisation pour les deux lots de poudre de tuffeau et les sables calcaires (fin et gros)

	MVA [g/cm ³] (cône)	MVA [g/cm ³] (Rigden)	Δ MVA [%] (Rigden /cône)	Équivalent de sable (SE)	Valeur de bleu (VB)
Poudre de tuffeau (lot 1)	0,87 ± 0,01	1,24 ± 0,01	43	11,2 ± 0,62	1,25 ± 0,05
Poudre de tuffeau (lot 2)	0,84 ± 0,01	1,23 ± 0,01	46	11 ± 0,80	1,29 ± 0,07
Poudre de tuffeau (moyen des lots)	0,86 ± 0,01	1,23 ± 0,01	44	11,1 ± 0,1	1,27 ± 0,02
Sable calcaire fin	1,43 ± 0,01	1,87 ± 0,02	30	62 ± 2,1	0,02 ± 0,02
Sable calcaire gros	1,38 ± 0,02	1,79 ± 0,01	30	77 ± 1,70	0,02 ± 0,02

Les tests de caractérisation pour les deux lots de poudre de tuffeau donnent des résultats très proches. Comme mentionné précédemment, la même scie a été utilisée pour produire les deux lots à partir du même type de pierre. Cette similarité dans les résultats confirme la reproductibilité de la composition de la poudre de tuffeau. Donc, dans la suite, la distinction entre les deux lots de poudre de tuffeau ne sera plus utilisée, et seule la valeur moyenne des deux lots sera conservée et discutée. Selon le cône d'écoulement, la poudre de tuffeau présente une masse volumique apparente de 0,86 [g/cm³], une valeur nettement inférieure de celle des sables qui se situe aux alentours de 1,40 [g/cm³]. Cette différence s'explique par la nature distincte des roches d'origine des sables, ainsi que par les différences de densité des minéraux qui composent les sables. La masse volumique apparente de la poudre de tuffeau passe de 0,86 [g/cm³] avec le cône d'écoulement à 1,23 [g/cm³] avec le Rigden [g/cm³], soit

une augmentation de 44 %. En effet, la grande finesse des particules de la poudre de tuffeau génère un volume élevé de vides entre les grains. Après tassement, cela se traduit par une réduction importante du volume indiquant une compaction importante. En parallèle, les sables calcaires étant moins fins présentent une augmentation moins importante de la MVA, égale à 30 %. D'après la norme NF EN 933-8 relative à la propreté des sables, un sable est considéré comme propre si son SE est supérieur à 60. La poudre de tuffeau a un SE de 11, ce qui est extrêmement faible. Cette valeur est due à la forte proportion de particules fines dans la poudre de tuffeau, comme le montre la courbe granulométrique (figure 18) qui indique que 25 % des particules ont une taille inférieure à 80 μm . Le sable calcaire fin a un SE de 62, une valeur très supérieure à celle de la poudre de tuffeau. Cette différence s'explique par une teneur en fines plus faible par rapport à la poudre de tuffeau, ne comptant que 6 % de fines, comme le montre la courbe granulométrique (figure 18). Concernant le sable calcaire gros, il présente un SE de 77, une valeur relativement élevée en raison de sa très faible proportion de fines, ne comportant que 0,5 % de particules mesurant moins de 80 μm , comme le montre sa courbe granulométrique (figure 18).

Selon le test au bleu de méthylène, la poudre de tuffeau présente une valeur de 1,27, indiquant de manière explicite la présence de particules argileuses. Une telle valeur affirme la présence d'une proportion non négligeable d'argile. Cette observation s'accorde avec les travaux de Beck et al. [15 - 17], précisant que la poudre de tuffeau contient environ 10 % de minéraux argileux. Donc, la mesure de l'équivalent de sable de 11 est bien justifiée et provient effectivement de la forte concentration de fines. D'après la classification des sols, la poudre de tuffeau appartient à la catégorie des sols sablo-limoneux, tout en se rapprochant de la limite inférieure des sols sablo-argileux située à 1,5. En ce qui concerne les deux sables calcaires étudiés, la valeur de bleu est de 0,2. Une valeur très faible qui indique une teneur minimale, voire négligeable, en argile. La quantité d'argile dans un sable a un impact sur la quantité d'eau nécessaire pour la préparation de l'enduit, étant donné que les argiles, possédant une grande surface spécifique, demandent plus d'eau. Cependant, la présence de minéraux argileux déclenche une réaction pouzzolanique avec la chaux aérienne, ce qui peut optimiser les performances mécaniques de l'enduit [15, 16, 50].

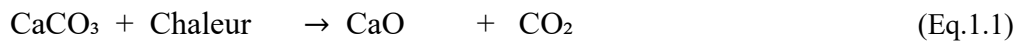
3.2. Le liant

Le type de liant utilisé dans un mortier influence directement sa demande en eau, sa maniabilité, son temps de prise, sa comptabilité physico-chimique avec les éléments de maçonnerie, son retrait, ses propriétés hydriques, ainsi que ses performances mécaniques et sa durabilité. Lorsque la proportion de liant augmente dans le mortier, ses performances mécaniques augmentent également. Les mortiers minéraux, sujets de cette étude, utilisent une chaux ou un ciment comme liant. Le ciment est le liant le plus utilisé dans le monde pour la réalisation des bétons et des mortiers destinés à toute construction (bâtiments, routes, ponts, barrages, etc.). Dans cette étude, le liant utilisé est la chaux aérienne CL 90

fabriquée par l'entreprise française Saint-Astier à partir d'un calcaire très pur contenant plus de 95 % de CaCO_3 .

3.2.1. La chaux

La chaux est produite par calcination des roches calcaires à des températures allant de 800 et 1200 °C dans de grands fours. Ce processus génère une poudre, connue sous le nom de chaux vive, qui est non seulement inutilisable en tant que liant mais aussi dangereuse. Ensuite, la chaux vive est hydratée pour se transformer en chaux éteinte, qui est alors utilisée dans les mortiers. Les équations 1.1 et 1.2 présentent les réactions conduisant à la formation de la chaux vive puis éteinte. Si un calcaire pur est utilisé au départ avec une tolérance d'impuretés argileuse jusqu'à 5 %, une chaux aérienne est produite. En revanche, si un calcaire impur est utilisé, contenant entre 5 et 20 % d'impuretés argileuses (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , etc.), une chaux hydraulique est obtenue.



Les mortiers à la chaux sont largement utilisés dans la construction depuis l'antiquité [51 - 54]. Des traces de leur usage datant de plus de trois mille ans avant JC ont été trouvées en Palestine et en Turquie [55, 56]. Durant la première moitié du 20^e siècle, l'usage de la chaux a considérablement diminué en raison de la prédominance du ciment Portland grâce à sa forte résistance et sa prise rapide. Les mortiers à base de chaux présentent plusieurs inconvénients, telles que : un temps de prise assez lent, un retrait de dessiccation significatif, une grande porosité et une faible résistance mécanique au jeune âge [40]. Cependant, ces matériaux présentent de nombreux avantages par rapport au ciment, notamment : une meilleure maniabilité qui facilite la mise en œuvre et donne aux artisans la possibilité de retravailler le mortier jusqu'à atteindre un rendu satisfaisant, une bonne respiration des parois qui favorise les échanges hygrothermiques, ainsi qu'une compatibilité physico-chimique avec les maçonneries historiques et traditionnelles. De plus, l'impact environnemental de la chaux est considéré plus faible que celui du ciment. Durant ces dernières années, l'usage des mortiers à base de chaux connaît une renaissance, tant pour la restauration des monuments historiques que pour les nouvelles constructions.

Comme mentionné précédemment, il existe deux types de chaux, chacun possédant des propriétés et des applications spécifiques en raison de sa composition chimique et de son interaction avec le granulats. La chaux aérienne, conformément à son nom, fait sa prise au contact de l'air, tandis que la chaux hydraulique fait sa prise au contact de l'eau. La présence de pouzzolanes, comme les minéraux argileux, dans un mortier à la chaux aérienne modifie son processus de durcissement, induisant ainsi une réaction de prise hydraulique [83]. Les minéraux argileux, qui représentent environ 10 % de la

poudre de tuffeau, réagissent avec la chaux aérienne, déclenchant une réaction pouzzolanique [15 - 17]. Cela confère au mélange de chaux aérienne et de poudre de tuffeau des caractéristiques semblables à celles des mortiers à la chaux hydraulique.

3.2.1.1. La chaux aérienne

La chaux aérienne se trouve sous forme d'une poudre fine d'une blancheur éclatante et se caractérise par un temps de séchage relativement lent et une résistance mécanique faible. Le constituant principal de cette chaux est la portlandite Ca(OH)_2 . Le durcissement des mortiers à base de chaux se produit principalement par carbonatation de la portlandite. Bien que son usage soit principalement orienté vers les travaux en intérieur, la chaux aérienne peut être également employée en extérieur, notamment pour les revêtements en couche mince des façades, du fait que l'épaisseur mince de cette couche de finition requiert un temps de séchage plus court. Il s'agit de la chaux donnant la plus grande souplesse, facilitant ainsi l'exécution de détails avec précision. Ce type de chaux est recommandé pour les structures en pierre ainsi que pour la restauration des monuments historiques et bâtiments anciens [57, 58]. En revanche, son application sur les supports en ciment est déconseillée.

3.2.1.2. La chaux hydraulique

La chaux hydraulique se compose de portlandite Ca(OH)_2 et de silicate du calcium hydraté CSH. Elle se caractérise par un temps de séchage plus rapide et une résistance mécanique plus élevée grâce à son double mécanisme de durcissement qui combine à la fois l'hydratation et la carbonatation. Cependant, elle est moins souple et plastique que la chaux aérienne. La chaux hydraulique est utilisée du gros au second œuvre. Elle se comporte bien au contact de l'eau et en présence d'humidité d'où son utilisation dans les espaces à forte humidité (salle de bain, cave, cuisine) ou sur les supports poreux. La présence d'argiles siliceuses dans la composition de ces chaux est responsable de leur rapidité de prise et de leur résistance. L'indice NHL (Natural Hydraulic Lime) correspond au degré d'hydraulicité, qui augmente proportionnellement avec la teneur en argile. Ainsi, plus la teneur en argile est grande, plus la prise est rapide et plus la chaux est résistante et dure.

3.2.2. Caractéristiques de la chaux CL90 utilisée

La finesse d'une chaux, souvent exprimée en termes de surface spécifique, est un indicateur essentiel de ses propriétés réactives et de sa capacité à interagir avec les autres constituants dans les formulations à base de chaux, tels que les mortiers et les enduits. Généralement, la surface spécifique de la chaux aérienne se situe entre 8 000 et 20 000 cm^2/g . La chaux aérienne CL 90 utilisée pour la formulation de l'enduit a une surface spécifique de $20471 \pm 773 \text{ cm}^2/\text{g}$ selon le test de Blaine. Une si grande surface spécifique indique que la chaux CL90 est extrêmement fine. Cette grande finesse implique une

réactivité accrue de la chaux, due à une surface de contact plus importante avec les autres constituants de l'enduit.

3.3. Les additifs

Il est courant d'utiliser des additifs pour améliorer les propriétés des mortiers à l'état frais et/ou durci. Les additifs sont ajoutés en petites quantités ne dépassant pas 5 % de la masse du liant. Chaque additif est associé à une fonction principale, caractérisée par l'effet dominant qu'il engendre sur le mortier. L'efficacité de l'additif dépend de son dosage et de sa compatibilité avec les constituants présents dans le matériau. Certains additifs peuvent avoir des effets secondaires ou couplés avec d'autres additifs, en plus de la fonction principale prévue par leur utilisation. Les additifs sont disponibles sous deux formes : liquide ou en poudre. Les mortiers préformulés sont de plus en plus utilisés dans les travaux de construction, y compris dans la restauration en raison de leurs avantages par rapport aux mortiers traditionnels fabriqués sur place, car ils sont plus faciles à préparer et à appliquer et ont des propriétés optimisées grâce à l'emploi d'une grande variété d'additifs [59].

Parmi les additifs couramment utilisés, on trouve : les réducteurs d'eau, les compensateurs de retrait, les entraîneurs d'air et les modificateurs de rhéologie.

3.3.1. Les réducteurs d'eau

Ils permettent de diminuer la teneur en eau nécessaire pour obtenir une consistance spécifique ou d'améliorer la fluidité du mortier, tout en maintenant la même teneur en eau. La réduction de la quantité d'eau permettra d'améliorer les performances mécaniques des mortiers durcis et de diminuer leur porosité. Selon leur capacité à diminuer la quantité d'eau, il existe deux classes de réducteurs d'eau : les plastifiants permettant une réduction d'eau de 5 % à 12 %, et les superplastifiants permettant une réduction d'eau de plus de 12 % [60, 61]. Leur mode d'opération se déroule comme suit : les particules de réducteurs d'eau de nature anionique (chargées négativement) se fixent sur la surface des particules du liant (chargées positivement), favorisant leur défloculation et leur dispersion. De plus, les particules de réducteurs d'eau forment des longues chaînes moléculaires autour des particules de liant, créant ainsi une barrière physique qui empêche l'agglomération de ces particules. L'ajout de réducteur d'eau facilite l'écoulement du matériau en réduisant l'amplitude des forces d'attraction entre les particules, ce qui empêche la formation d'agglomérats de liant pouvant piéger une quantité d'eau du mélange [48, 62]. La figure 20 schématise l'action des agents réducteurs d'eau pour la libération de l'eau piégée.

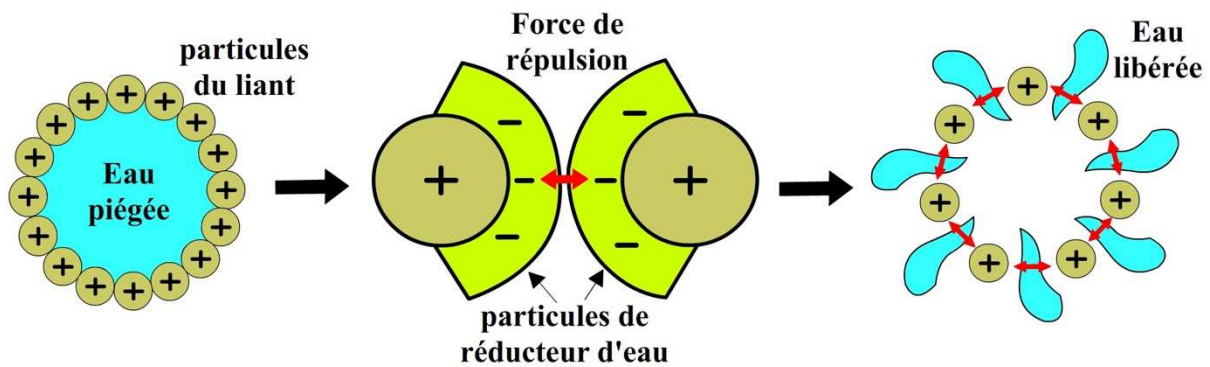


Figure 20 : Schématisation de l'action des agents réducteurs d'eau pour la libération de l'eau piégée dans les agglomérats de liant

3.3.2. Les compensateurs de retrait

Le retrait désigne la réduction de volume qui se produit en raison de phénomènes physiques pendant ou après la prise du mortier. Si ce changement de volume n'est pas contrôlé, il y a un risque de formation de fissures. Le retrait de dessiccation est l'un des phénomènes de retrait les plus dommageables pour un mortier. Il est fréquemment observé pendant le durcissement du mortier par l'évaporation de l'eau présente dans les pores, à partir des surfaces exposées à l'air ambiant. Afin de minimiser le retrait et éviter fortement le risque de formation de fissures, il est courant d'ajouter un agent compensateur de retrait. Ce type d'additif permet de diminuer les contraintes de traction générées par les variations de volume [63, 64]. Le mécanisme d'action des agents compensateurs de retrait consiste à créer une expansion interne. Les agents expansifs réagissent avec la chaux et l'eau et produisent de nombreuses bulles d'hydrogène à l'intérieur du mortier. La pression au sein de ces bulles augmente au fur et à mesure de la réaction, engendrant ainsi une contrainte. Lorsque cette contrainte dépasse la résistance plastique du matériau, cela entraîne une augmentation de volume [65, 66]. Kioumars et al. [67] ont étudié l'effet d'un agent compensateur de retrait sur le béton ordinaire en variant les proportions eau-ciment. Ils ont conclu que l'incorporation de ce type d'additif peut réduire le retrait de séchage jusqu'à 50%.

3.3.3. Les entraîneurs d'air

Les additifs de type entraîneur d'air sont des substances, qui selon leur dosage, génèrent une quantité limitée de bulles d'air répartie uniformément dans la matrice du mortier [68]. Ces bulles d'air sont généralement de forme sphérique avec des diamètres allant de 10 à 100 μm [69, 70]. Il est bien reconnu que l'ajout d'un agent entraîneur d'air améliore la maniabilité des mortiers frais pour un rapport eau/liant déterminé. En réalité, une quantité plus élevée de bulles d'air rend le matériau plus léger et par conséquent plus facile à manipuler. Ce type d'additif améliore aussi la résistance des mortiers durcis aux cycles de gel-dégel [70]. En effet, les microbulles contribuent à limiter le développement de

pression destructive exercée par le gel de l'eau interstitielle, en créant plus d'espace vide pour l'expansion volumique pendant la transition eau-glace. Les entraîneurs d'air sont formés à partir de tensioactifs qui diminuent la tension superficielle de l'eau en se positionnant à l'interface entre l'air et l'eau. Leurs particules sont constituées d'une tête hydrophile ayant une affinité pour l'eau et d'une queue hydrophobe (comme une chaîne d'hydrocarbures) qui capture les bulles d'air comme moyen de sortir de l'eau [60]. La figure 21 schématise l'action des agents entraîneur d'air pour la création des bulles d'air.

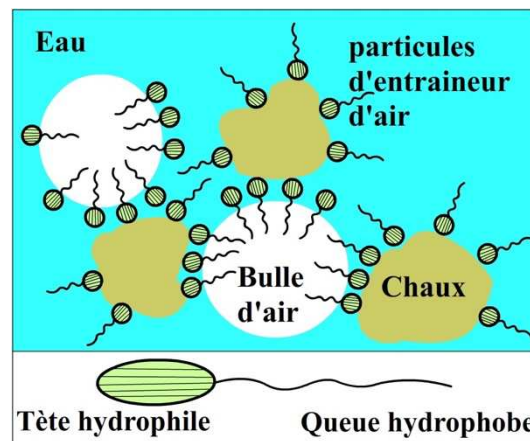


Figure 21 : Schématisation de l'action des agents entraîneur d'air pour la création des bulles d'air dans la matrice des mortiers

3.3.4. Les modificateurs de rhéologie

Également appelé agents colloïdaux. Les modificateurs de rhéologie sont constitués de polymères non ioniques solubles dans l'eau qui favorisent la capacité du mortier frais à maintenir ses constituants en suspension. En effet, ils augmentent la déformabilité et facilitent la manipulation du matériau en renforçant sa résistance à la coalescence [71, 72]. Ils renforcent également la cohésion entre les différents composants en augmentant la viscosité. Chaque polymère se compose d'une longue chaîne qui se fixe à la surface de l'eau. Simultanément, les particules proches de cette chaîne engendrent des forces d'attraction limitant le mouvement de l'eau, ce qui conduit à la formation d'un gel et à une augmentation de la viscosité [73]. De plus, ces substances sont employées pour augmenter l'adhérence de l'enduit frais à la surface d'application [72].

3.3.5. Caractéristiques des additifs utilisés

La composition chimique, les caractéristiques et les dosages recommandés des quatre additifs ont été obtenus à partir des fiches techniques fournies par l'entreprise partenaire (VEGA Industries). Ces informations sont synthétisées dans le tableau 5.

Tableau 5 : Composition chimique, caractéristiques et dosages recommandés des additifs

Additif	Nom industriel	Composition chimique	Nature	Densité [Kg/m ³]	PH	Couleur	Dosage recommandé [%]
Superplastifiant (SP)	Melflux 2651 F	Éther polycarboxylique	Anionique	300 - 600	5,5 - 8,5	Jaunâtre	0,05 - 1 (masse de liant)
Compensateur de retrait (CR)	Expandit 10	Aluminium	—	600 - 800	—	Gris	0,04 - 0,15 (masse totale)
Entraîneur d'air (EA)	Hostapur OSB	Alpha oléfine sulfonate de sodium	Anionique	≈ 300	10 - 11	Blanc	0,01 - 0,05 (masse totale)
Agent colloïdal (AC)	Culminal C8367	Dérivé de méthylcellulose	Non ionique	200 - 500	6,5 - 8	Blanc cassé	0,1 (masse totale)

4. Pré-formulation : étude préliminaire

La formulation d'un mortier est typiquement réalisée en mélangeant à dosage approprié un liant, des granulats et des additifs spécifiques. En complément de ce mélange, il est nécessaire d'ajouter la bonne quantité d'eau pour créer une pâte qui se met en place grâce à sa propre adhésion. Différents types de mortier existent selon leurs fonctions : un mortier d'assemblage, conçu spécifiquement pour des applications en maçonnerie et mis en place par pose ; un mortier à enduire (enduit), appliqué à l'aide d'outils appropriés tels qu'une taloche et sert à couvrir une surface pour des raisons variées ; un mortier spécialement conçu pour l'impression 3D, qui sera pompé pour réaliser différentes structures. Un mortier peut avoir différents rôles dans le domaine de construction : consolider les éléments de construction entre eux, garantir la stabilité de l'ouvrage, combler les vides entre les éléments de maçonnerie, sceller les dalles, et générer une finition lisse et esthétique aux parois murales. Un enduit de finition est un matériau très fin, de quelques millimètres d'épaisseur, qui offre une finition lisse et régulière à la surface traitée. Ce matériau n'est pas adapté pour des surfaces présentant des irrégularités significatives. Les enduits de finition ne jouent aucun rôle structurel, mais apportent plutôt une fonction esthétique. L'état frais du mortier ne dure qu'une très courte période par rapport à sa durée de vie totale, cependant, il est très important d'optimiser cet état car il impacte considérablement la mise en œuvre du mortier ainsi que ses propriétés finales. La maniabilité est une caractéristique souvent affirmée par les professionnels. Un mortier maniable a un comportement lisse et plastique, il est facile à étaler avec

une truelle et il adhère facilement aux surfaces verticales. La teneur en eau du mortier joue un rôle primordial sur sa maniabilité. Cependant, elle influence grandement ses performances mécaniques et sa durabilité. La nature de chaque constituant du mortier participe au comportement de l'ensemble du mélange.

L'objectif global de l'étude est de développer un enduit de finition à base de poudre de tuffeau et de chaux aérienne afin de permettre la réhabilitation thermique des bâtiments anciens construits en pierre de tuffeau. Pour cela, l'enduit doit satisfaire différents critères : un aspect esthétique visuel le plus proche possible de la pierre de tuffeau, une haute maniabilité, un retrait minimal ainsi que des performances mécaniques adaptées à son domaine d'utilisation.

L'objectif principal de cette étude préliminaire est de définir les proportions optimales de chaux et d'eau dans le mélange de l'enduit, tout en respectant les critères esthétiques propres à cet enduit, les critères de retrait et les critères normatifs des enduits. Les matériaux utilisés dans l'étape de pré-formulation sont la poudre de tuffeau et la chaux aérienne. D'après les travaux précédents sur l'usage de la poudre de tuffeau dans l'élaboration de mortiers à la chaux aérienne, la proportion massique optimale de chaux en termes de performance mécanique et de propriétés hydriques se situe autour de 20 % [15 - 17]. Ainsi, cinq formulations comprenant des proportions massiques de chaux de 10 %, 15 %, 20 %, 25 % et 30 % ont été étudiées. Les enduits ont été préparés en suivant le protocole de malaxage suivant : malaxage des constituants secs (poudre de tuffeau et chaux) pendant 60 secondes à une vitesse de 140 tr/min, puis ajout de l'eau et malaxage pendant 60 secondes à une vitesse de 140 tr/min, puis un dernier malaxage de 60 secondes à une vitesse de 285 tr/min. La figure 22 récapitule la démarche suivie pendant l'étude de pré-formulation.

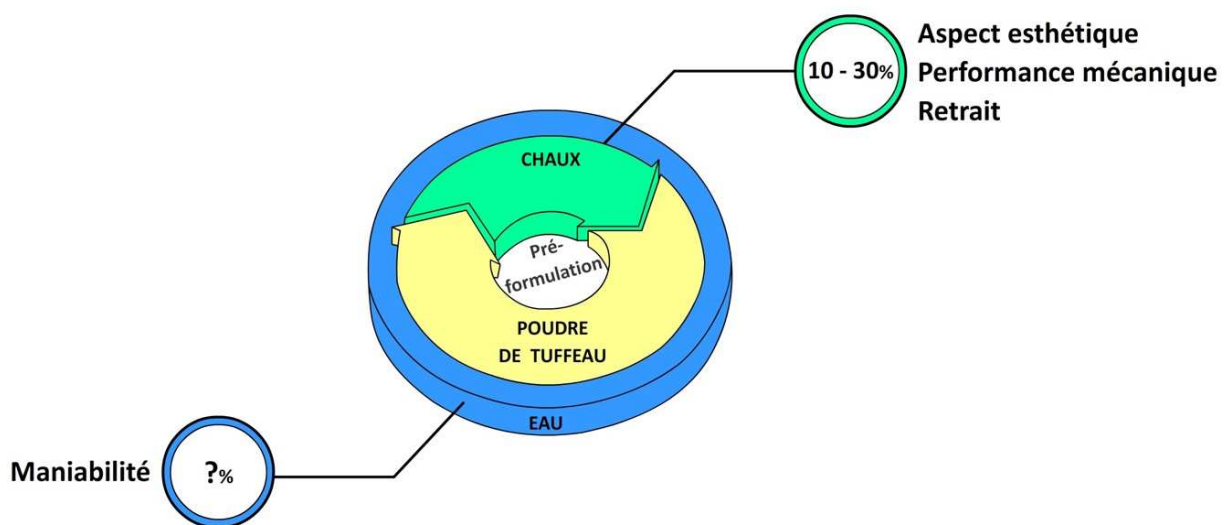


Figure 22 : Pré-formulation : Détermination du dosage optimal en chaux et en eau selon les différents critères visés

4.1. Méthodologie de formulation

4.1.1. Demande en eau

4.1.1.1. Limites de plasticité, limites d'Atterberg

Afin d'obtenir une bonne maniabilité d'un mortier à l'état frais, il est indispensable d'ajouter la quantité d'eau adéquate pour se situer dans le domaine plastique du matériau. La limite de plasticité désigne le seuil de transition entre les états solide et plastique d'un matériau. La limite de plasticité des différentes proportions de chaux étudiées a été déterminée par la méthode des limites d'Atterberg pour définir la demande en eau minimale permettant d'atteindre le domaine plastique. Par ailleurs, la limite de plasticité de la poudre de tuffeau seule (sans liant) a été aussi déterminée afin de différencier l'effet de la chaux de celui de la poudre de tuffeau sur la teneur en eau. Selon la norme NF P94-051 [74], le test consiste à déterminer la teneur en eau à laquelle un rouleau de pâte de mortier, mesurant 10 à 15 cm de longueur et 3 mm de diamètre, commence à se rigidifier et à fissurer lorsqu'il est soulevé par son milieu. Les résultats présentés correspondent à la moyenne de cinq échantillons.

4.1.1.2. Consistance avec la table à choc

Le test de la table à choc a été réalisé selon la norme EN 459-2 [75] pour les mortiers à base de chaux. Cet essai permet d'évaluer la maniabilité d'une pâte de mortier, une propriété fondamentale qui influence l'application du matériau. L'essai consiste à remplir un mini-cône placé sur un plateau horizontal non adhérent avec la pâte de mortier fraîchement préparée. Après le remplissage, le mini-cône est retiré et une série de 15 chocs standardisés est appliquée pour étaler le mortier. Immédiatement après les chocs, le diamètre d'étalement du mortier est mesuré. D'après la norme, un mortier à la chaux aérienne devrait présenter un diamètre d'étalement de $16,5 \pm 0,3$ cm pour garantir une bonne consistance et assurer une maniabilité optimale. En suivant ce critère, la demande en eau pour les différentes proportions massiques de chaux a été déterminée. Au moins trois échantillons ont été étudiés pour chaque proportion massique de chaux. La figure 23 illustre le test de la table à choc.



Figure 23 : Test de consistance avec la table à choc

4.1.2. Dosage des constituants

4.1.2.1. Mise en œuvre, observations visuelles et colorimétrie

Après avoir déterminé la quantité d'eau efficace pour chaque formule, les enduits frais ont été appliqués sur un support en bois peint sur une surface de 20 x 30 cm et d'une épaisseur de 5 mm. Pendant l'application, la maniabilité des enduits frais et leur adhérence au support ont été évalués. Après une période de durcissement de 14 jours, l'aspect visuel des enduits a été comparé à celui de la pierre de tuffeau afin de repérer les proportions de chaux présentant un aspect visuel qui se rapproche le plus possible de celui de tuffeau. L'œil humain est capable de détecter les moindres variations de couleur. Toutefois, la perception et l'interprétation des nuances de couleur peuvent varier d'une personne à l'autre, rendant l'analyse subjective et difficile à décrire. Par conséquent, les observations visuelles ont été vérifiées par des mesures quantitatives obtenues par colorimétrie selon le système CIELab où les coordonnées L, a et b représentent respectivement l'axe noir-blanc (clarté), l'axe vert-rouge et l'axe bleu-jaune [76, 77]. Pour la pierre de tuffeau et les différentes proportions de chaux, cinq mesures de couleur ont été effectuées sur des zones distinctes, les résultats présentés correspondent à la moyenne de ces mesures. La figure 24 illustre les démarches suivies pour évaluer la mise en œuvre des enduits frais, ainsi que pour déterminer les proportions de chaux permettant d'atteindre l'aspect visuel recherché. Elle présente également les emplacements des zones étudiées par colorimétrie pour les différents mélanges et pour la pierre.

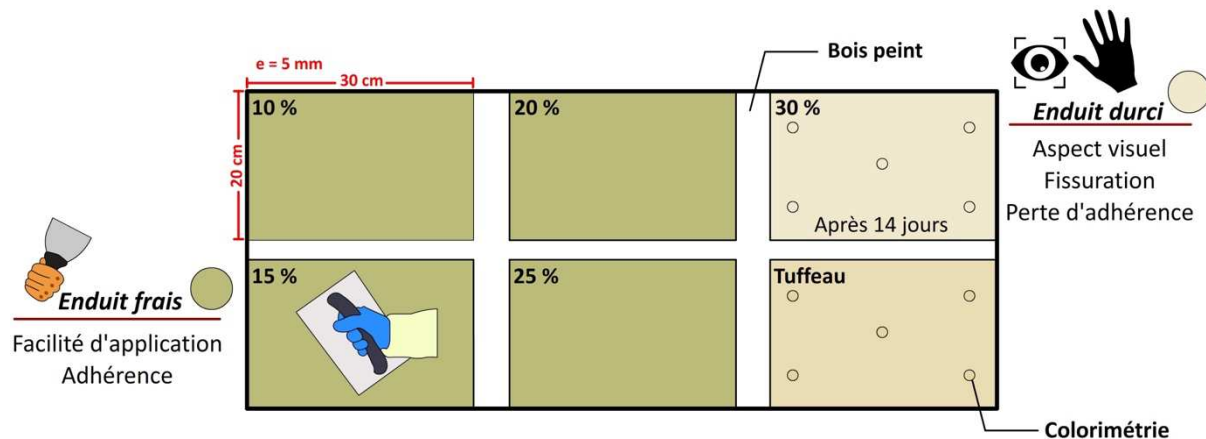


Figure 24 : Analyse de la mise en œuvre des enduits frais, de l'aspect visuel et du retrait des enduits durcis pour les différentes proportions massiques de chaux ; emplacements des zones étudiées par colorimétrie

4.1.2.2. Performance mécanique et retrait

La résistance à la compression des différents mortiers a été évaluée à 28 jours de maturation sur des échantillons cubiques (40 × 40 × 40 mm) à l'aide d'une presse 3R modèle SYNTAX en utilisant un

capteur de 50 kN et une vitesse de déplacement de 0,5 mm/min. En ce qui concerne le retrait, les mesures ont également été réalisées à 28 jours sur des échantillons prismatiques ($40 \times 40 \times 160$ mm) à l'aide d'un pied à coulisse, méthode privilégiée en raison de l'ampleur du retrait, de l'ordre centimétrique, et de la difficulté d'utilisation du déformomètre liée à la fragilité des échantillons. Pour la maturation des mortiers, deux types de cure ont été étudiés : une cure humide où l'échantillon est aussitôt entouré d'un film plastique de manière à empêcher l'évaporation de l'eau, puis il est conservé dans une pièce maintenue à une température de 20 °C ; une cure à l'air où l'échantillon est conservé dans les conditions ambiantes du laboratoire, avec une humidité relative de 50 % et une température de 20 °C. Les résultats présentés correspondent à la moyenne obtenue à partir de trois échantillons pour chaque dosage de chaux et pour chaque type de cure.

4.2. Résultats de l'étude préliminaire

4.2.1. Détermination de la demande en eau optimale

La figure 25 présente la demande en eau [W] nécessaire pour atteindre la limite de plasticité des différents mélanges. Il a été observé que la quantité d'eau requise pour atteindre le domaine plastique du mortier est assez élevée, et que cette demande en eau s'accroît proportionnellement avec la proportion de chaux, en raison de la finesse de la chaux aérienne. Cependant, la demande en eau de la poudre de tuffeau seule est déjà grande en raison de la nature poreuse et fine du granulat. La poudre de tuffeau comporte une fraction fine de passant à 80 μ m assez importante (25 % des particules). De plus, certains grains du tuffeau sont très poreux avec une grande capacité à absorber l'eau.

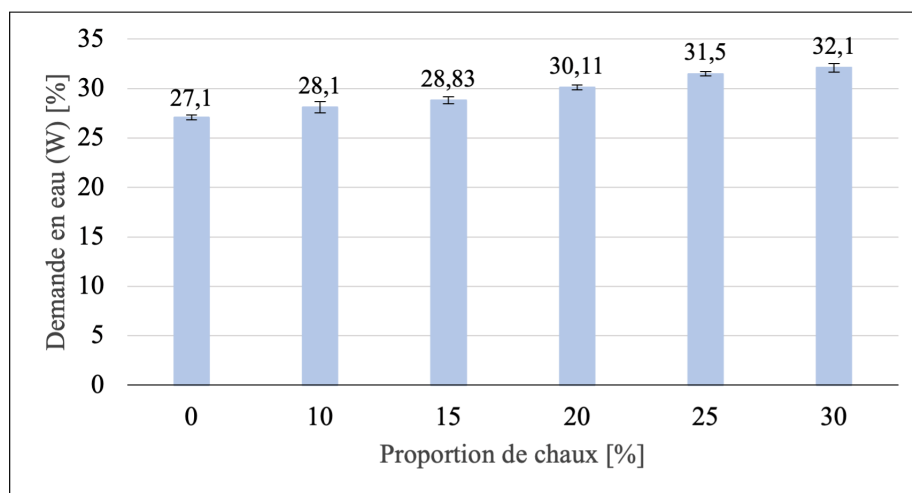


Figure 25 : Demande en eau permettant d'atteindre la limite de plasticité selon la proportion de chaux

La limite de plasticité de chaque mélange étudié correspond à la quantité d'eau minimale à ajouter. Pour déterminer la quantité d'eau optimale, il faut ajouter de l'eau jusqu'à obtenir la consistance normalisée donnant l'étalement de référence de $16,5 \pm 0,3$ cm à la table à chocs. La figure 26 présente

la demande en eau [W] permettant d'obtenir cet étalement de référence pour les différentes proportions de chaux étudiées.

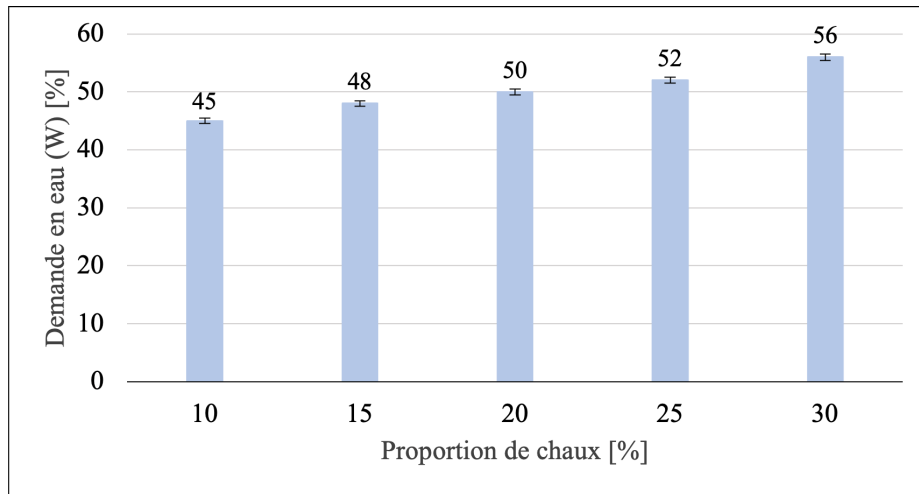


Figure 26 : Demande en eau nécessaire pour obtenir le diamètre d'étalement de référence de $16,5 \pm 0,3$ cm à la table à chocs pour les différentes proportions de chaux

Il a été constaté que la demande en eau est très élevée et qu'elle augmente de manière proportionnelle à la quantité de chaux. Toutefois, la demande en eau reste importante pour les mortiers avec une faible proportion de chaux à cause des caractéristiques du granulat lui-même imposant un besoin conséquent en eau. En effet, Ce comportement très hygroscopique de la poudre de tuffeau, qui nécessite l'ajout d'une grande quantité d'eau, a également été observé lors de travaux précédents sur l'utilisation de cette poudre dans la fabrication de mortiers à base de chaux aérienne [15 - 17]. Selon ces travaux, une demande en eau représentant 50 % de la masse totale des constituants a été fixée, quelle que soit la proportion de chaux, pour obtenir une maniabilité acceptable.

4.2.2. Détermination de la proportion optimale de chaux

4.2.2.1. Mise en œuvre, observations visuelles et colorimétrie

Lors de l'application des enduits frais sur le support, les critères de maniabilité et d'adhérence ont été évaluées. Pour toutes les proportions de chaux, l'enduit frais a une consistance à la fois collante et dense ce qui le rend relativement difficile à étaler avec l'outil sur le support. D'autres chercheurs (Singh chouhan et al) ont aussi observé que, pour un ratio eau/liant identique, les mortiers contenant de la poudre de pierre calcaire présentent une consistance plus dense que ceux contenant un sable siliceux [78]. En effet, d'après Westerholm, un mortier formulé avec un agrégat contenant une fraction fine importante a une consistance dense, pâteuse et difficile à manipuler à cause de l'augmentation du frottement entre les particules [37]. En dehors de la problématique de maniabilité, l'enduit frais présente une faible adhérence au support. La formulation d'un matériau avec la poudre de tuffeau et la chaux

aérienne, induit un processus de durcissement triphasique : le séchage lié à l'évaporation de l'eau en fonction des conditions thermo-hygrométriques (température ambiante et humidité relative) ; l'hydratation engendrée par la réaction pouzzolanique due à la présence des minéraux argileux [15 - 17] ; la carbonatation déclenchée par la réaction de portlandite contenu dans la chaux aérienne avec le CO_2 atmosphérique pour former le carbonate de calcium [79, 80]. Bien que les trois mécanismes soient déclenchés simultanément, chacun se caractérise par une vitesse réactionnelle distincte. Le séchage et la prise hydraulique participent principalement au durcissement au jeune âge. Cependant, la prise par carbonatation contribue également au durcissement mais de manière beaucoup plus tardive en raison de sa cinétique réactionnelle lente, pouvant perdurer sur une longue période. Le tableau 6 présente les coordonnées colorimétriques de la pierre de tuffeau et des différents enduits durcis après une durée de 14 jours. La figure 27 présente une image des différents enduits durcis à 14 jours de l'application à côté d'un bloc de pierre de tuffeau.

Tableau 6 : Valeurs de colorimétrie pour la pierre de tuffeau et les différents enduits durcis à 14 jours de l'application

Coordonnée	Tuffeau	10 % chaux	15 % chaux	20 % chaux	25 % chaux	30 % chaux
L	$88,50 \pm 0,08$	$88,71 \pm 0,12$	$89,59 \pm 0,24$	$90,55 \pm 0,17$	$91,55 \pm 0,10$	$91,68 \pm 0,18$
a	$- 0,48 \pm 0,02$	$- 0,31 \pm 0,02$	$- 0,34 \pm 0,02$	$- 0,29 \pm 0,01$	$- 0,29 \pm 0,01$	$- 0,21 \pm 0,01$
b	$9,03 \pm 0,23$	$6,40 \pm 0,11$	$6,13 \pm 0,08$	$5,27 \pm 0,08$	$4,89 \pm 0,04$	$4,80 \pm 0,08$

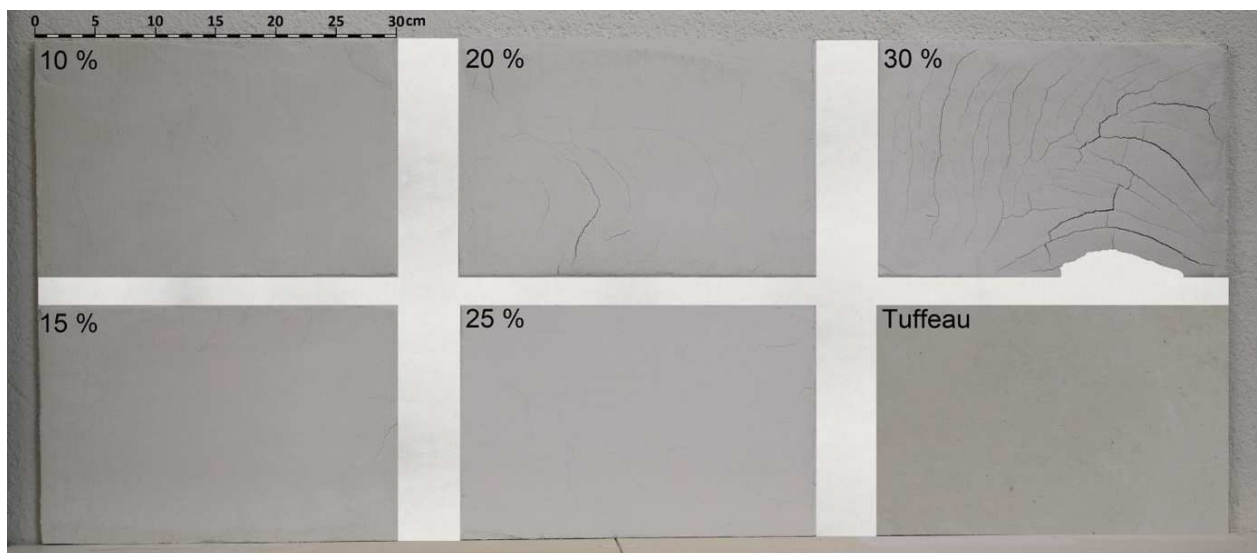


Figure 27 : Aspect visuel de la pierre de tuffeau et des différents enduits durcis contenant les différentes proportions de chaux à 14 jours de l'application

D'après les observations visuelles, les enduits qui développent une couleur et une texture se rapprochant le plus de celles de la pierre de tuffeau sont ceux ayant une faible proportion de chaux (10 % et 15 %). Dès 20 % de chaux, l'enduit durci commence à avoir une texture plus lisse et une teinte

trop blanche, s'éloignant progressivement de l'aspect esthétique recherchée de la pierre de tuffeau. Les mesures de colorimétrie affirment les observations visuelles, les enduits contenant une faible proportion de chaux, notamment 10 % et 15 %, présentent les coordonnées L, a et b les plus proches à celles de la pierre de tuffeau. On observe une fissuration significative pour toutes les proportions de chaux. En effet, l'évaporation de la forte demande en eau, qui représente environ 50 % de la masse, entraîne au cours du séchage, un retrait de dessiccation important. Ce retrait est accompagné d'une fissuration et d'une perte d'adhérence, caractérisée par le décollement de certaines parties de l'enduit durci. L'ampleur de la fissuration et de la perte d'adhérence observées augmente fortement avec la proportion de chaux.

4.2.2.2. Résistance à la compression et retrait

La réaction pouzzolanique, un processus chimique où des matériaux pouzzolaniques tels que les minéraux argileux réagissent avec la chaux aérienne en présence d'eau, est susceptible d'améliorer les propriétés mécaniques de l'enduit [15, 16, 50]. La figure 28 présente les résultats de la résistance à la compression à 28 jours pour les différents mélanges étudiés selon les deux types de cures (à l'air et humide).

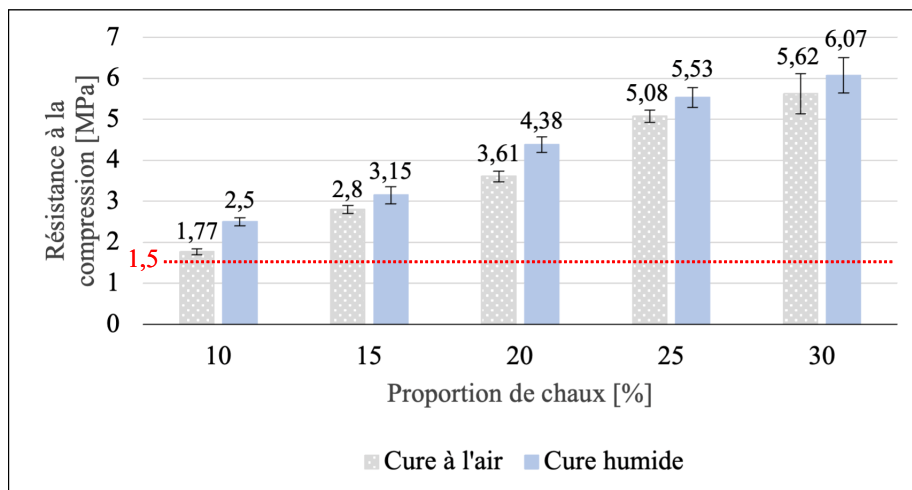


Figure 28 : Résistance à la compression selon le type de cure et la proportion de chaux

Les échantillons soumis à une cure humide présentent des valeurs de résistance à la compression supérieures à celles des échantillons traités par une cure à l'air. Cette augmentation est attribuée à la réaction pouzzolanique, qui est induite par l'interaction des minéraux argileux avec la chaux en présence d'eau. En limitant l'évaporation rapide de l'eau, cette réaction est effectivement favorisée, entraînant ainsi une amélioration des performances mécaniques. D'après les résultats de la résistance à la compression, on constate que l'augmentation de la proportion de chaux dans le mortier améliore la performance mécanique. Conformément à la norme NF EN 998-1 [81], un enduit monocouche de type CSII doit présenter à 28 jours une résistance à la compression située entre 1,5 MPa et 5 MPa. Lors de l'application d'une cure à l'air, avec un dosage de 10 % de chaux, l'enduit se révèle peu résistant et

fragile. En revanche, à partir de 15 % de chaux, les enduits atteignent des performances mécaniques qui sont satisfaisantes pour l'usage prévu et répondent aux exigences de résistance prescrites par la norme.

La figure 29 illustre les résultats du retrait mesuré à 28 jours à l'aide d'un pied à coulisse pour les différents mélanges étudiés, selon les deux types de cures. Les échantillons soumis à une cure humide montrent un retrait tellement faible qu'il n'est pas détectable avec un pied à coulisse, en raison de la précision limitée de cet instrument. Pour les échantillons soumis à une cure à l'air, on constate un retrait de dessiccation important pour toutes les proportions de chaux, et ce retrait s'amplifie avec l'augmentation de la proportion de chaux. Pour les faibles proportions de chaux, le retrait est moins important, car en réduisant la quantité de chaux, la demande en eau nécessaire pour obtenir la consistance de référence diminue. Et comme mentionné précédemment, ce retrait est principalement dû à la forte demande en eau (environ 50 % en masse).

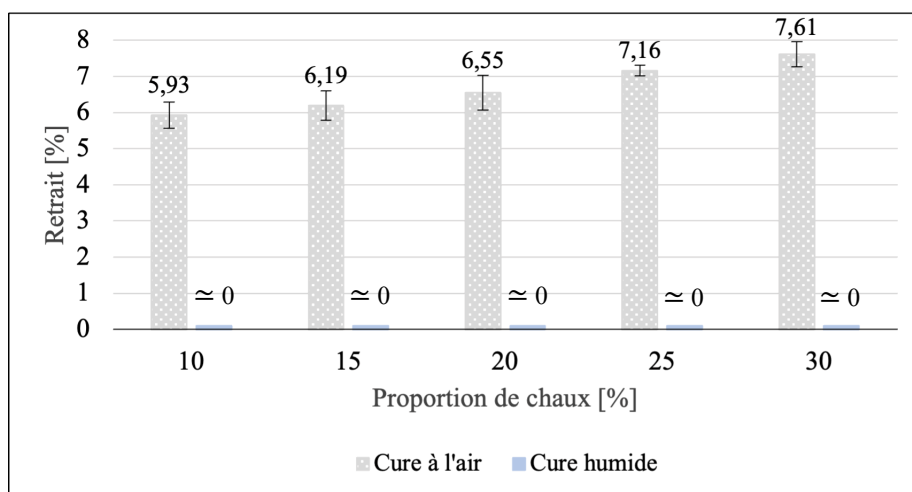


Figure 29 : Retrait selon le type de cure et la proportion de chaux

Il est clair que la cure a un véritable effet sur les propriétés de l'enduit et que la cure humide est plus efficace et favorable que la cure à l'air. Cependant, la cure humide n'est pas représentative de la réalité car son application sur de grandes surfaces en chantier n'est pas faisable. De plus, l'installation d'une bâche ou d'un polyane sur la surface de l'enduit pour empêcher l'évaporation de l'eau laisse des traces inesthétiques. Donc, en tenant compte des contraintes opérationnelles sur site, nous optons pour une cure à l'air, bien que ce soit la cure la moins avantageuse pour l'enduit.

4.3. Synthèse et apports de la pré-formulation

Les enduits ayant un aspect visuel et une couleur les plus proches de la pierre de tuffeau sont ceux contenant des faibles proportions massiques de chaux, notamment 10 % et 15 %. A partir de 20 % de chaux, les enduits durcis deviennent trop blancs, perdant l'aspect esthétique de la pierre de tuffeau. A partir d'une proportion en chaux de 15 %, les enduits durcis développent des performances mécaniques

satisfaisantes pour un enduit monocouche de finition. Les faibles proportions de chaux (10 % et 15 %) présentent le retrait le moins important. La proportion optimale de chaux, satisfaisant les critères esthétiques et mécaniques et présentant un moindre retrait, se situerait donc autour de 15 %. Cependant, la forte demande en eau génère des points faibles pour l'enduit : une maniabilité modérée qui rend l'application difficile, une faible adhérence à l'état frais, et un retrait de dessiccation significatif entraînant des fissures et le décollement de certaines parties. Il est donc indispensable d'optimiser la formulation afin de résoudre ces problèmes et de répondre aux différents critères spécifiques à l'enduit.

5. Optimisation de la formulation

D'après l'étude de pré-formulation, une formule de référence a été établie avec la proportion de chaux de 15 %. Cette proportion a été sélectionnée car elle permet d'obtenir l'aspect visuel de la pierre de tuffeau, une bonne performance mécanique, et le plus faible retrait. Cependant, la formule de référence présente plusieurs problèmes : à l'état frais, une maniabilité modérée et une faible adhérence ; à l'état durci, un retrait de dessiccation important entraînant des fissures et une perte d'adhérence. L'objectif de cette étude d'optimisation est d'ajuster la composition de l'enduit en utilisant différents additifs afin de surmonter les problèmes évoqués et d'obtenir une formule qui respecte les critères recherchés, présentant ainsi une haute maniabilité, une adhérence optimale, et surtout un retrait minimal sans fissuration. Pour atteindre cet objectif, quatre types d'additifs ont été utilisés : un superplastifiant (SP) pour réduire la forte demande en eau de l'enduit frais ; un compensateur de retrait (CR) pour minimiser le retrait et empêcher l'apparition de fissures et la perte de l'adhérence ; un entraîneur d'air (EA) pour améliorer la maniabilité de l'enduit frais et faciliter son application au support sans augmenter la demande en eau ; un agent colloïdal (AC) pour optimiser l'adhérence et améliorer la répartition de l'enduit frais sur le support. Chaque additif est indispensable pour le développement du produit final, jouant un rôle essentiel dans l'atteinte des performances ciblées. Les caractéristiques et les dosages recommandés des additifs se trouvent dans le tableau 6 ([section 3.3.5. caractéristiques des additifs utilisés](#)). Les enduits ont été préparés selon le même protocole de malaxage décrit dans l'étude de pré-formulation. La figure 30 résume la démarche suivie pour l'optimisation de la formulation. le choix de ces additifs et leurs dosages a été une étape complexe et surtout très longue (environ un an et demi de travail). Durant cette phase d'optimisation, différents additifs ont été essayés pour arriver au choix final des quatre additifs retenus et présentés dans le manuscrit. D'autres additifs ont été essayés au cours de l'étude, mais ils n'ont pas abouti à des résultats satisfaisants (voir Annexe 1).

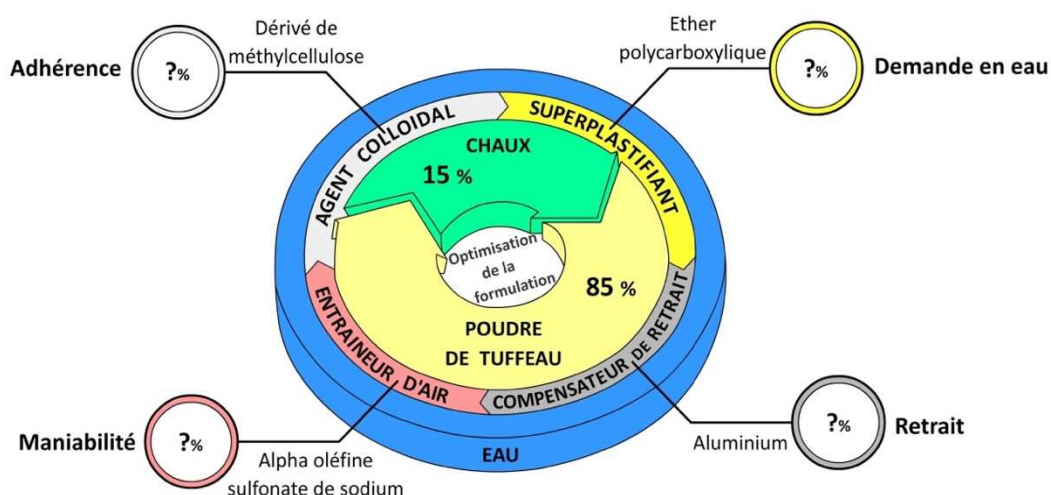


Figure 30 : Optimisation de la formulation : Détermination du dosage optimal des additifs pour résoudre les problèmes de la formule de référence (15 % chaux et 85 % poudre de tuffeau)

5.1. Méthodes

Les additifs ont été ajoutés dans la formule de référence selon l'ordre suivant : d'abord le superplastifiant (SP), suivi du compensateur de retrait (CR), ensuite l'entraîneur d'air (EA), et enfin l'agent colloïdal (AC). Lorsque le dosage optimal d'un additif est identifié, la recherche du dosage optimal pour l'additif suivant commence, tout en maintenant l'additif précédemment étudié dans la formule. Le dosage optimal d'un additif correspond à la quantité nécessaire pour résoudre efficacement le problème pour lequel cet additif a été ajouté dans la formulation. Ce dosage doit être suffisant pour surmonter le problème visé, sans entraîner d'effets secondaires qui pourraient entraver d'autres propriétés essentielles pour la bonne performance de l'enduit. Le dosage minimal étudié pour chaque additif est celui recommandé comme dosage intermédiaire dans les fiches techniques, à l'exception de l'agent colloïdal pour lequel un seul dosage est suggéré. Si le dosage minimal étudié n'est pas suffisant pour résoudre le problème, un dosage plus élevé est testé jusqu'à trouver le dosage optimal. Selon le type d'additif, le dosage recommandé par le fabricant peut être en fonction de la masse du liant ou de la masse totale du mélange. Le tableau 7 présente les dosages recommandés et étudiés pour chaque additif.

Tableau 7 : Les dosages recommandés et étudiés pour les différents additifs

Additif	Dosages recommandés	Dosages étudiés
Superplastifiant (masse de liant)	0,05 – 1	0,5 1,5 2,5 4 5
Compensateur de retrait (masse totale)	0,04 – 0,15	0,10 0,15 0,22 0,32
Entraîneur d'air (masse totale)	0,01 – 0,05	0,03 0,07 0,1 0,14
Agent colloïdal (masse totale)	0,1	0,1

5.1.1. Demande en eau

5.1.1.1. Consistance avec la table à choc

L'étude de l'effet des dosages des différents additifs sur les propriétés de l'enduit a été faite à consistance constante. La demande en eau pour toutes les formulations contenant les différents dosages d'additifs a été déterminée comme la quantité d'eau nécessaire pour obtenir l'étalement de référence de $16,5 \pm 0,3$ cm avec la table à choc. La procédure de l'essai est détaillée dans l'étude de pré-formulation. Au moins trois échantillons ont été étudiés pour chaque dosage d'additif.

5.1.2. Évaluation de la mise en œuvre et du retrait

Après avoir déterminé la demande en eau de la formule examinée, l'enduit frais a été appliqué à l'aide d'une taloche en acier sur un support en bois peint sur une surface de 40 x 20 cm et sur une épaisseur de 5 mm. L'évaluation de la mise en œuvre de l'enduit frais s'est basée sur deux indicateurs : la facilité d'application de l'enduit sur le support et son comportement d'adhérence pendant et juste après l'application. Après une période de 24 heures, l'enduit durci a été examiné par inspection visuelle et au toucher pour évaluer son retrait. Cette évaluation s'est basée sur deux indicateurs spécifiques, l'éventuelle apparition de fissures sur la surface de l'enduit et la perte d'adhérence de certaines parties de l'enduit. La figure 31 illustre la méthode employée pour déterminer le dosage optimal des différents additifs.

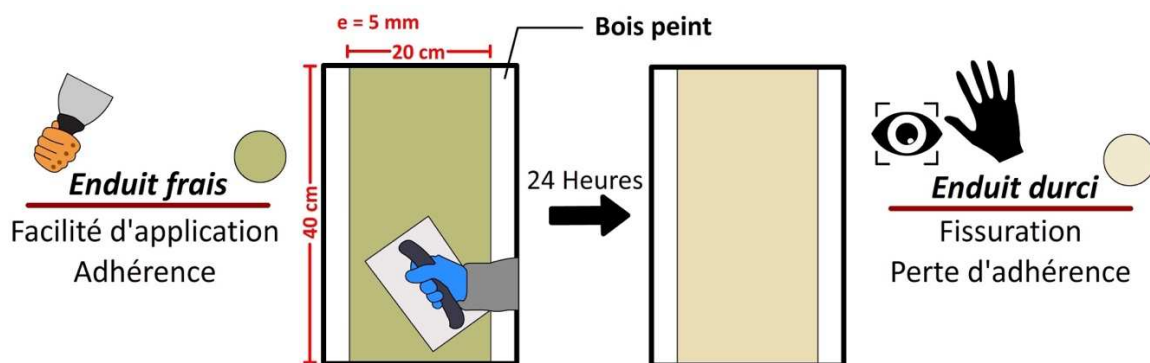


Figure 31 : Analyse de l'effet de l'additif et de son dosage sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci

5.2. Résultats et discussion

5.2.1. Superplastifiant (SP)

L'important retrait de dessiccation observé pour la formule de référence est principalement dû à la forte demande en eau du mélange. Ainsi, la diminution de la quantité d'eau par l'ajout de SP permettrait en principe de réduire le retrait. La demande en eau [W] nécessaire pour obtenir l'étalement de référence de $16,5 \pm 0,3$ cm selon le dosage de superplastifiant est présentée dans la figure 32. L'analyse de l'effet de dosage de SP sur la mise en œuvre de l'enduit frais (facilité d'application et adhérence) et sur le retrait de l'enduit durci (fissuration et perte d'adhérence) est présentée dans le tableau 8.

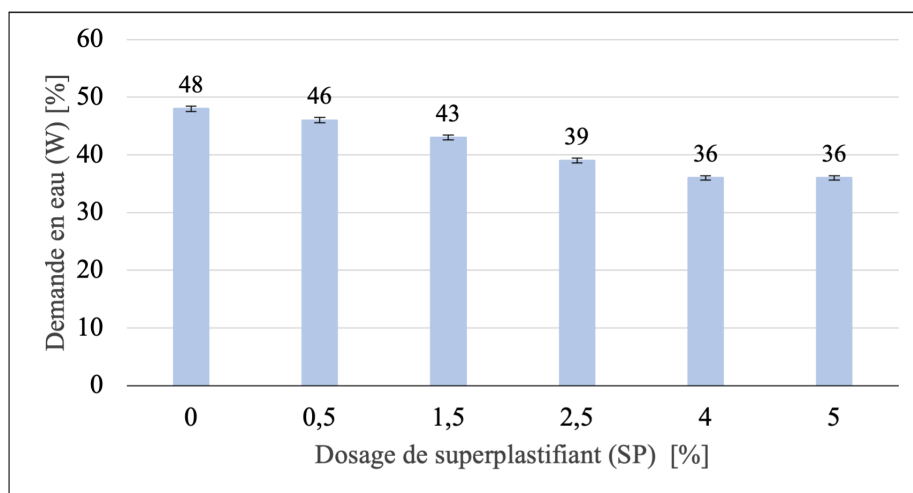


Figure 32 : Demande en eau selon le dosage de superplastifiant ajouté à la formule de référence (15 % chaux aérienne et 85 % poudre de tuffeau)

Tableau 8 : Analyse de l'effet de dosage de superplastifiant (SP) sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci

15 % chaux aérienne + 85 % poudre de tuffeau				
Dosage SP [%] (masse de liant)	Mise en œuvre - enduit frais		Retrait - enduit durci	
	Facilité d'application	Adhérence	Fissuration	Perte d'adhérence
0	--	-	---	--
0,5	--	-	---	--
1,5	--	-	---	--
2,5	--	--	--	-
4	---	---	--	-
5	---	---	--	-

Les plus faibles dosages de SP étudiés, notamment 0,5 % et 1,5 %, ne contribuent pas à une diminution significative de la demande en eau. Par conséquent, aucune modification notable n'a été observée en termes de mise en œuvre ou de retrait pour ces dosages. À partir d'un dosage de 2,5 %,

l'enduit frais manifeste un changement dans sa consistance, caractérisée par une texture plus collante, plus dense et difficile à étaler avec l'outil, compliquant ainsi la mise en œuvre. En parallèle, une diminution significative de la demande en eau est observée, entraînant une réduction du retrait. Cependant, cette réduction n'est pas suffisante car des fissures subsistent toujours à la surface de l'enduit, mais elles sont désormais un peu plus fines et moins nombreuses. Pour les dosages les plus élevés de SP (4 % et 5 %), la demande en eau est réduite de 25 %. À un dosage de 4 %, l'additif atteint son point de saturation, et l'ajout d'une quantité supplémentaire ne permet plus de réduire la demande en eau. Pour les dosages les plus élevés (4 % et 5 %), la consistance de l'enduit frais devient extrêmement collante rendant l'application très difficile, voire impossible, car la pâte de l'enduit reste collée sur l'outil (voir figure 33). Le dosage optimal de superplastifiant sélectionné pour l'enduit est de 2,5 % de la masse du liant. Ce dosage permet de diminuer la demande en eau de 20 %, entraînant ainsi une légère réduction du retrait sans induire d'effets secondaires majeurs et irréversibles. En effet, l'ajout de 2,5 % de superplastifiant rend la consistance plus collante et complique l'application, mais il convient de noter que ce problème est également présent dans la formule de référence, bien que de manière bien moins prononcée. Cet effet indésirable sera en partie compensé par l'ajout de l'agent colloïdal, afin d'optimiser l'adhérence de l'enduit frais, en favorisant davantage l'adhésion de l'enduit au support plutôt qu'à l'outil.

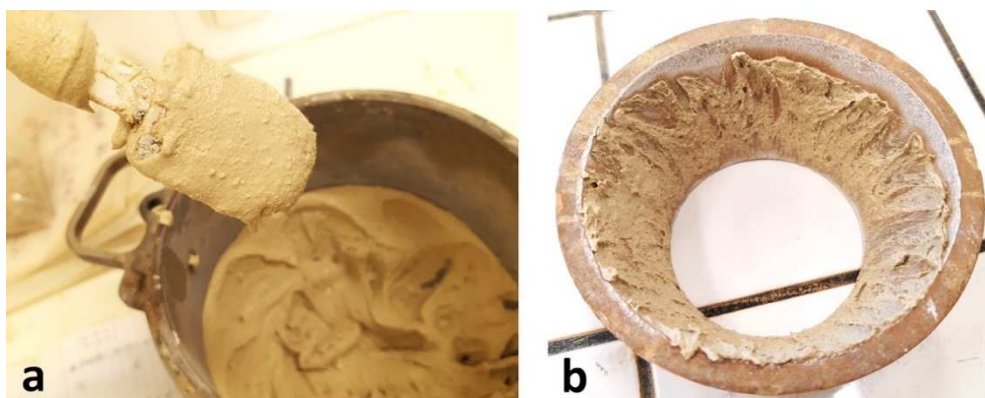


Figure 33 : Consistance très collante à partir de 4 % de SP : (a) L'enduit frais colle trop sur les outils ; (b) L'enduit frais colle trop sur les parois de mini-cône de la table à choc

5.2.2. Compensateur de retrait (CR)

La demande en eau donnant l'étalement de référence reste constante pour l'ensemble des dosages de compensateur de retrait étudiés, indiquant ainsi que l'ajout de CR n'a pas d'effet significatif sur la consistance de l'enduit frais. L'analyse de l'effet de dosage de CR sur la mise en œuvre de l'enduit frais (facilité d'application et adhérence) et sur le retrait de l'enduit durci (fissuration et perte d'adhérence) est présentée dans le tableau 9.

Tableau 9 : Analyse de l'effet de dosage de compensateur de retrait (CR) sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci

15 % chaux aérienne + 85 % poudre de tuffeau + 2,5 % SP				
Dosage CR [%] (masse totale)	Mise en œuvre - enduit frais		Retrait - enduit durci	
	Facilité d'application	Adhérence	Fissuration	Perte d'adhérence
0	--	--	--	-
0,10	--	--	--	-
0,15	--	--	-	+
0,22	--	--	+	+
0,32	--	--	+	+

L'ajout de CR dans la composition de l'enduit ne modifie pas ses propriétés à l'état frais, aucun changement significatif n'est observé ni sur la maniabilité ni sur l'adhérence pour tous les dosages de CR étudiés. En effet, il n'est pas surprenant que le CR ne modifie pas le comportement du matériau à l'état frais, compte tenu du fait que ce type d'additif nécessite un certain temps avant de commencer à exercer leur effet. Concernant l'évaluation du retrait, pour le plus faible dosage de CR étudié (0,10 %), aucune réduction du retrait n'a été observée, car les problèmes de fissuration et de perte d'adhérence persistent sans changement visible. Lorsque le dosage de CR atteint 0,15 %, la réduction du retrait devient perceptible : les fissures sont significativement plus fines et moins nombreuses (voir figure 34), et l'enduit développe une adhérence suffisante sans présenter de signes de décollement.

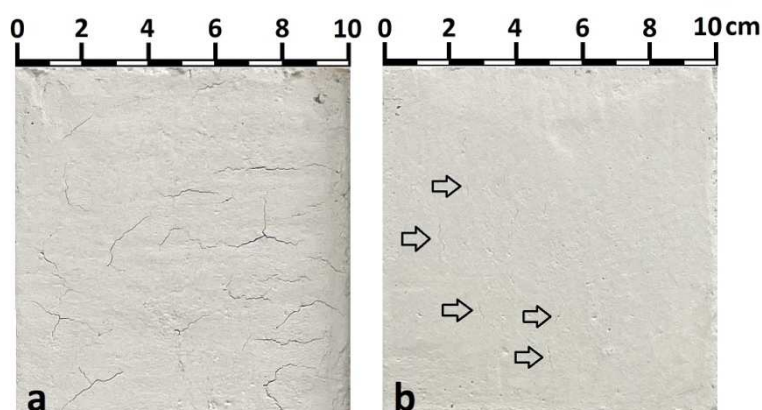


Figure 34 : (a) Fissuration de la formule de référence ; (b) Transformation de fissures en microfissures en ajoutant 2,5 % de SP et 0,15 % de CR à la formule de référence

À partir d'un dosage de 0,22 % de CR, une réduction significative et suffisante du retrait est constatée, à tel point qu'aucune fissuration n'est détectée sur la totalité de la surface de l'enduit durci (figure 35.a). Toutefois, en considérant l'ampleur du retrait initial, il est très probable qu'un certain retrait subsiste encore, mais il est suffisamment réduit pour ne pas entraîner de fissuration ni de perte d'adhérence. Dans le troisième chapitre, une étude objective et détaillée sur le retrait est présentée avec pour objectif de quantifier ce phénomène et d'évaluer sa cinétique sous différentes conditions. Avec un dosage de CR de 0,32 %, une formation de bulles a été observée à différents endroits à la surface de l'enduit durci, comme le démontre la figure 35.b. L'écrasement de ces bulles avec un doigt génère des microfissures superficielles dans la zone avoisinant la bulle. Le dosage optimal de compensateur de retrait sélectionné pour l'enduit est de 0,22 % de la masse totale des composants secs. L'utilisation d'un compensateur de retrait s'avère être une solution efficace pour la réduction du retrait de l'enduit. L'expansion générée par cet additif modifie la microstructure de la matrice du matériau, permettant ainsi de prévenir la formation de fissures. L'incorporation de 0,22 % de CR conjointement avec 2,5 % de SP à la formule de référence permet de résoudre efficacement le problème principal de l'enduit, le retrait, sans entraîner d'effets secondaires observables.

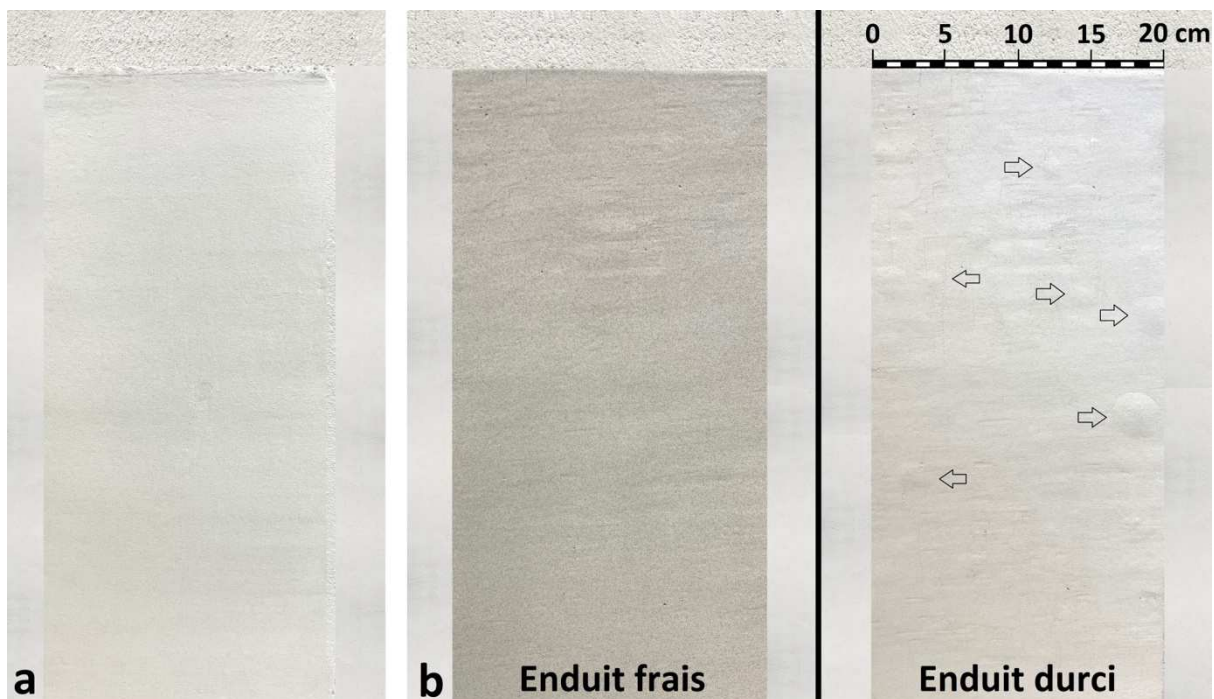


Figure 35 : (a) Retrait minimal sans fissuration pour la formule avec 2,5 % de SP et 0,22 % de CR;
(b) Formation de bulles à la surface de l'enduit durci avec le dosage de 0,32 % de CR

5.2.3. Entraîneur d'air (EA)

L'effet de différents dosages d'entraîneur d'air sur la demande en eau nécessaire pour obtenir l'étalement de référence est présenté dans la figure 36. Selon les résultats obtenus par la table à chocs, l'ajout de EA n'entraîne quasiment aucun effet sur la consistance de l'enduit, les valeurs de la demande en eau sont quasi identiques pour tous les dosages de EA étudiés.

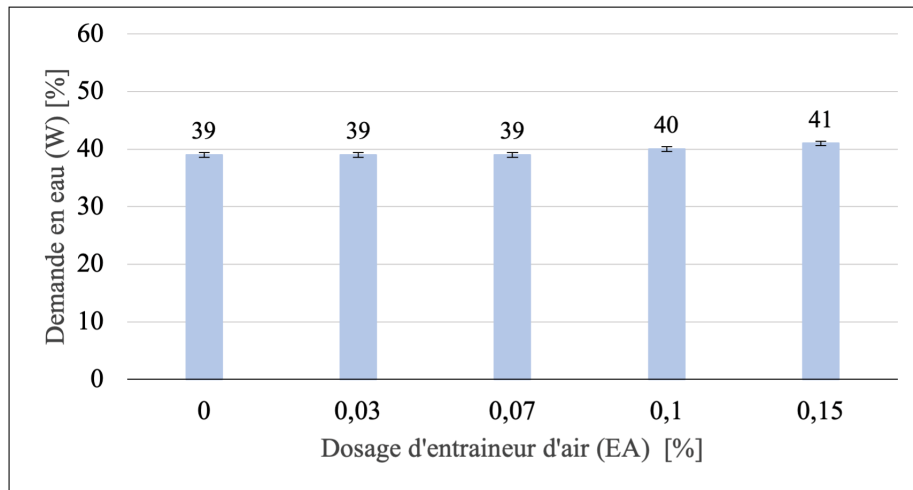


Figure 36 : Demande en eau selon le dosage d'entraîneur d'air (EA) ajouté à la formule contenant 15 % chaux aérienne, 85 % poudre de tuffeau, 2,5 % SP et 0,22 % CR

Pour les dosages de 0,1 % et 0,15 % de EA, une très légère augmentation de la demande en eau est observée, passant respectivement de 39 % à 40 % et de 39 % à 41 %. Cette augmentation de la demande en eau peut être attribuée à une réduction de la densité du matériau. En effet, cet additif introduit des microbulles dans la matrice de l'enduit. Ces microbulles diminuent la densité globale en créant des vides dans le matériau. Étant donné que le matériau devient plus léger, il subit moins l'effet de son propre poids lors de l'application de chocs par la table à chocs, et s'étale donc un peu moins. Donc, il est observé que l'ajout d'EA à la formule n'a pas conduit à une diminution de la demande en eau nécessaire pour obtenir une consistance spécifique, ce résultat est en contradiction avec les résultats de B.A. Silva [82] indiquant qu'un effet réducteur d'eau est observé lors de l'incorporation de EA dans des mortiers à la chaux aérienne. En considérant les résultats obtenus par la table à chocs, il s'est avéré que ce test ne permettait pas de mettre en évidence l'effet de l'ajout de certains additifs, notamment l'entraîneur d'air (EA), sur l'amélioration de la maniabilité. En conséquence, afin d'évaluer de manière spécifique les variations de consistance, il s'est avéré nécessaire d'élargir l'approche expérimentale en intégrant un test supplémentaire capable de quantifier les changements dans la maniabilité de certaines compositions d'enduit étudiées. Ainsi, le test du fall-cône a été utilisé afin de quantifier de manière objective l'amélioration qualitative de la maniabilité de l'enduit observée lors de l'application, suite à l'ajout d'EA (voir chapitre 2). Le tableau 10 présente l'analyse de l'effet de dosage de EA sur la mise en œuvre de

l'enduit frais (facilité d'application et adhérence) et sur le retrait de l'enduit durci (fissuration et perte d'adhérence).

Tableau 10 : Analyse de l'effet de dosage d'entraineur d'air (EA) sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci

15 % chaux aérienne + 85 % poudre de tuffeau + 2,5 % SP + 0,22 % CR				
Dosage EA [%] (masse totale)	Mise en œuvre - enduit frais		Retrait - enduit durci	
	Facilité d'application	Adhérence	Fissuration	Perte d'adhérence
0	--	--	+	+
0,03	--	--	+	+
0,07	-	--	-	+
0,10	++	--	+	+
0,15	++	--	+	+

D'après l'analyse de l'effet du dosage de l'entraineur d'air (EA) sur le comportement de l'enduit, le dosage minimal d'EA étudié (0,03 %) n'apporte aucune amélioration observable en termes de maniabilité, l'application de l'enduit frais au support reste difficile. À ce dosage, la quantité d'air incorporé dans la matrice de l'enduit s'avère insuffisante pour augmenter la maniabilité. À un dosage de 0,07 %, une augmentation de la maniabilité a été observée, qui toutefois demeure insuffisante en raison de difficultés persistantes lors de l'application de l'enduit. En effet, la consistance de l'enduit frais reste assez dense, compliquant son étalement avec la taloche. À un dosage de 0,1 % de EA, on observe une grande augmentation de la maniabilité, ce qui facilite considérablement l'application de l'enduit. L'enduit frais développe une consistance moins dense et plus malléable, ce qui contribue à un étalement plus facile et uniforme sur le support. En effet, l'accroissement de la quantité d'air inclus se traduit par une diminution de la densité du matériau frais, facilitant ainsi l'opération d'application. À 0,15 % d'EA, une formation de bulles est observée dans différentes zones de l'enduit frais, comme illustré dans la Figure 37. Ces bulles persistent à l'état durci et leur écrasement résulte en la formation de microfissures sur la surface.

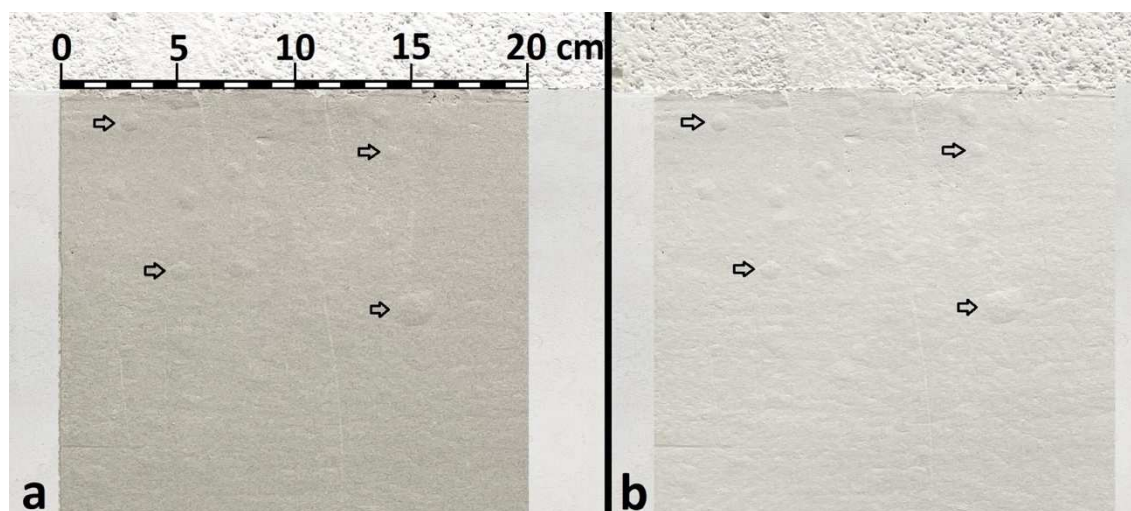


Figure 37 : Formation de bulles à la surface de l'enduit dès l'application avec le dosage de 0,15 % de EA

Le dosage optimal d'entraîneur d'air sélectionné pour l'enduit est de 0,10 % de la masse total des composants secs. L'ajout de 0,1 % de EA au mélange de l'enduit entraîne une amélioration significative de la maniabilité de l'enduit frais, ce qui favorise son application grâce à une plus grande facilité d'étalement par l'outil. Cette propriété est essentielle pour atteindre les performances souhaitées en termes de mise en œuvre. Cependant, l'incorporation d'air au sein du mélange est susceptible d'entraîner une réduction des performances mécaniques. Toutefois, la faible épaisseur de l'enduit, d'environ 5 mm, et la technique employée lors de l'application contribuent à écraser une portion des bulles d'air, conduisant ainsi à une diminution de leur quantité.

5.2.4. Agent colloïdal (AC)

Un seul dosage de 0,1 % de AC a été étudié. Ce dosage a été recommandé par l'entreprise partenaire VEGA Industries comme étant le dosage optimal utilisé dans leurs différents mortiers. Une analyse de l'effet de ce dosage a été effectuée sur notre matériau afin de vérifier que l'additif satisfait l'objectif de son utilisation, à savoir l'optimisation de l'adhérence et l'amélioration de la distribution de l'enduit frais, sans entraîner d'effets secondaires, tels que la diminution de l'adhérence, la réduction de la maniabilité ou l'interruption de l'action d'un autre additif. L'effet de l'agent colloïdal sur la demande en eau donnant l'étalement de référence est présenté dans la figure 38. L'ajout de AC entraîne une hausse de la demande en eau, passant de 40 % à 48 %, cette augmentation est attribuée à la capacité de AC à fixer l'eau libre au sein de la matrice de l'enduit et à l'augmentation de la viscosité de l'enduit frais [73]. La diminution de la quantité d'eau induite par le SP a été compensée par l'effet inverse de AC sur la demande en eau.

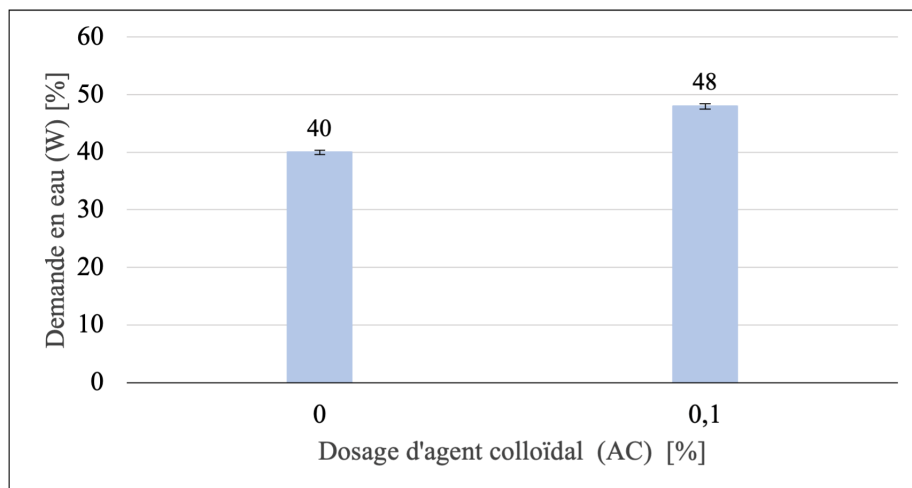


Figure 38 : Demande en eau selon le dosage d'entraîneur d'air (EA) ajouté à la formule contenant 15 % chaux aérienne, 85 % poudre de tuffeau, 2,5 %, 0,22 % CR et 0,10 % EA

L'analyse de l'effet de AC sur la mise en œuvre de l'enduit frais (facilité d'application et adhérence) et sur le retrait de l'enduit durci (fissuration et perte d'adhérence) est présentée dans le tableau 11. D'un point vue opérationnelle, l'ajout de AC optimise l'adhérence de l'enduit frais de sorte que le matériau colle davantage sur le support et moins sur l'outil. L'ajout de AC optimise également le comportement plastique, favorisant ainsi une distribution plus homogène de l'enduit frais sur le support. En effet, l'incorporation de AC dans la composition des mortiers augmente leur déformabilité et maniabilité, améliorant ainsi la résistance du matériau face à la coalescence [71 - 73].

Tableau 11 : Analyse de l'effet d'agent colloïdal (AC) sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci

15 % chaux aérienne + 85 % poudre de tuffeau + 2,5 % SP + 0,22 % CR + 0,10 % EA				
Dosage AC [%] (masse totale)	Mise en œuvre - enduit frais		Retrait - enduit durci	
	Facilité d'application	Adhérence	Fissuration	Perte d'adhérence
0	++	--	+	+
0,1	++	++	+	+

La figure 39 illustre la distribution de l'enduit frais sur le support suite à un unique passage de taloche, en présence et en absence d'AC, mettant en évidence l'impact significatif de l'AC sur la homogénéité et la répartition du matériel. En absence de AC, la réalisation d'une surface homogène et régulière nécessite plusieurs passages de taloche. En revanche, la présence de AC permet une meilleure distribution de l'enduit sur le support, un unique passage de l'outil suffit pour réaliser une surface uniforme et dépourvue de discontinuités. Le dosage de AC sélectionné pour l'enduit correspond au dosage recommandé par l'entreprise partenaire, soit 0,1 % de la masse totale des composants secs. Ce dosage optimise l'adhérence de l'enduit l'état frais, accentuant sa capacité à adhérer davantage au support qu'à l'outil. De plus, il favorise une répartition plus homogène de l'enduit frais sur le support, diminuant ainsi la formation d'agglomérat.

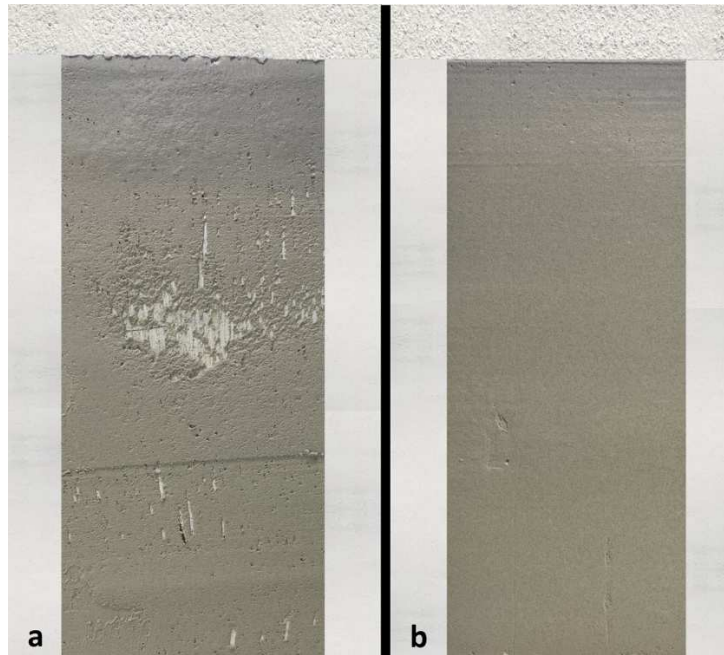


Figure 39 : Enduit frais après un seul passage à l'outil : (a) Sans AC ; (b) Avec AC

5.3. Synthèse et apports de l'utilisation des ajouts

L'amélioration de la formulation a été réalisée via l'utilisation de différents additifs en se basant sur les critères de retrait et de mise en œuvre. En ajoutant le dosage approprié de chaque additif, une formule optimale a été obtenue avec un retrait minimal sans fissuration, une bonne adhérence et une bonne maniabilité. Les dosages d'additifs sélectionnés sont les suivants : **2,5 % pour le SP, 0,22 % pour le CR, 0,10 % pour le EA et 0,10 % pour le AC**. Le tableau 12 présente la composition de l'enduit optimisé (formule optimale) et celle de l'enduit sans additifs (formule de référence). Il est à noter que le dosage du SP est proportionnel à la masse du liant, tandis que pour les autres additifs, le dosage est obtenu en fonction de la masse totale des composants secs.

Tableau 12 : Composition de la formule optimale (OPT) et de la formule de référence (REF) : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau

Formule	SP [%]	CR [%]	EA [%]	AC [%]	W [%]
Optimale (OPT)	2,5	0,22	0,10	0,10	48
Référence (REF)	—	—	—	—	48
SP : superplastifiant, CR : compensateur de retrait, EA : entraîneur d'air, AC : agent colloïdal, W : demande en eau					

Le superplastifiant (SP) a principalement agi en tant qu'agent réducteur de la demande en eau requise pour obtenir un étalement spécifique, entraînant ainsi une petite réduction du retrait. L'utilisation combinée du compensateur de retrait (CR) et du superplastifiant (SP) au mélange de l'enduit a permis

de minimiser efficacement le retrait, au point qu'aucune fissuration ni décollement n'a été observé à la surface de l'enduit. L'entraîneur d'air (EA) a amélioré significativement la maniabilité de l'enduit frais, facilitant ainsi la manipulation et la mise en œuvre du matériau. L'agent colloïdal (AC) a été indispensable pour l'amélioration des propriétés d'adhérence de l'enduit frais, réduisant ainsi l'adhérence excessive à l'outil d'application. Cette amélioration de la consistance rend l'enduit moins collant, facilitant de manière significative la mise en œuvre du matériau, tout en assurant une meilleure répartition et une adhérence favorable sur les surfaces traitées. La figure 40 présente la formule de référence et la formule optimale après 24 heures de durcissement.

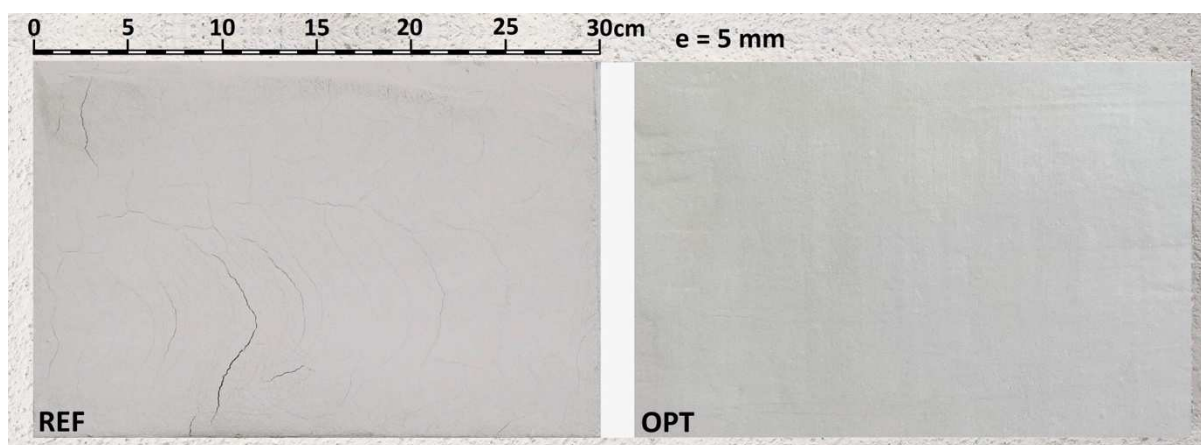


Figure 40 : Illustration des enduits préparés avec la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT), après 24 heures de durcissement sur un support en bois peint

L'un des objectifs du projet RESPECT est de développer un enduit avec un faible impact environnemental. Afin de quantifier les impacts environnementaux liés à la formule finale du produit, une analyse du cycle de vie (ACV) a été réalisée (voir Annexe 2).

Chapitre 2 : Comportement à l'état frais

1. Introduction	52
2. Revue de la littérature : Performances à l'état frais.....	53
3. Matériaux et formulations	55
4. Maniabilité	56
4.1. Méthodes.....	56
4.1.1. Table à choc.....	56
4.1.2. Fall-cone	57
4.1.3. Teneur en air et densité apparente	57
4.2. Résultats.....	58
4.2.1. Évaluation de la demande en eau pour la consistance normalisée mesurée par la table à choc	58
4.2.2. Évaluation de la consistance par le fall-cône	60
4.2.3. Variation de la teneur en air et de la densité apparente.....	62
4.3. Synthèse et apports de l'évaluation de la maniabilité	64
5. Adhérence à l'état frais.....	65
5.1. Méthode de mesure d'adhérence.....	65
5.1.1. Données brutes d'un test d'adhérence	67
5.1.2. Détermination de la vitesse de déplacement	68
5.1.3. Conversion vers les paramètres d'adhérence	69
5.1.4. Les supports utilisés	71
5.1.5. Les formules étudiées	74
5.2. Résultats.....	76
5.2.1. Définition des seuils	76
5.2.2. Effet du type de granulat	83
5.2.3. Effet des additifs.....	85

5.2.3.1.	Effet de chaque additif seul à la formule de référence	86
5.2.3.2.	Exclusion d'un additif de la formule optimale	89
5.2.4.	Effet de la demande en eau.....	92
5.2.5.	Effet du type de support	95
5.2.6.	Effet de l'humidification du support	96
5.3.	Synthèse et apports de l'évaluation de l'adhérence.....	98

Chapitre 2 : Comportement à l'état frais

1. Introduction

L'état frais de l'enduit représente un temps relativement court par rapport à sa durée de vie totale. Toutefois, l'ajustement de cet état en fonction de l'application visée est essentiel, car il impacte significativement la mise en œuvre du matériau et ses propriétés finales. La maniabilité et l'adhérence sont des propriétés critiques lors de l'évaluation de l'état frais d'un enduit. La maniabilité se réfère à la capacité du matériau à être façonné et manipulé aisément et constitue un critère qualitatif souvent évalué de manière empirique par les professionnels du domaine. Cette propriété est fondamentale pour assurer une application uniforme et efficace sur les surfaces à couvrir. L'enduit développé devra assurer une haute maniabilité pour faciliter le travail des applicateurs et permettre ainsi une finition lisse et sans défaut. Un enduit maniable présente une consistance souple et plastique facilitant sa manipulation à l'aide des outils appropriés. L'adhérence de l'enduit frais est un indicateur de sa capacité à former une liaison avec le support sur lequel il est appliqué. Cette adhérence initiale joue un rôle essentiel lors de l'application de l'enduit et durant les premières heures après son application. Une adhérence insuffisante peut entraîner des problèmes tels que le décollement précoce pendant l'application. À l'inverse, une adhérence excessive peut constituer une difficulté car l'enduit peut rester collé à l'outil d'application et provoquer des arrachements. Les critères définis pour l'enduit à l'état frais en termes de ces deux propriétés incluent une haute maniabilité et une adhérence optimale. L'enduit à base de poudre de tuffeau sans additifs présente une maniabilité modérée et une faible adhérence. Toutefois, l'optimisation de la formule de l'enduit par l'ajout d'additifs a résolu ces deux problèmes, permettant ainsi de répondre aux critères établis. Pour analyser précisément le rôle de chaque additif sur la maniabilité et l'adhérence, des évaluations quantitatives ont été menées à travers des tests expérimentaux sur différentes formulations d'enduit. La maniabilité a été mesurée à l'aide de tests de table à choc et de fall-cone. L'adhérence sur différents supports et dans diverses conditions de support a été quantifiée grâce à un protocole expérimental innovant que nous avons conçu et développé.

2. Revue de la littérature : Performances à l'état frais

Les exigences concernant la maniabilité et l'adhérence à l'état frais sont définies selon la fonction spécifique envisagée pour le matériau et les contraintes propres à son application sur le chantier. Un mortier d'assemblage [83, 84], caractérisé par une texture épaisse et pâteuse, n'exige ni une haute maniabilité ni une adhérence très importante, étant généralement appliqué à l'horizontale et n'exigeant la réalisation d'une couche parfaitement uniforme. Dans le cadre d'un enduit de finition [20, 85, 86], le matériau doit présenter une maniabilité et une adhérence plus grandes, étant appliqué à la verticale et exigeant l'obtention d'une couche de finition homogène, lisse et esthétique. Donc, il est impératif que le matériau à l'état frais développe des performances de maniabilité et d'adhérence bien spécifiques et adaptées à l'application souhaitée. La maniabilité dépend de divers facteurs tels que la composition de l'enduit, la taille de ces particules et sa teneur en eau.

Différents types d'additifs peuvent être intégrés à la composition d'un mortier ou d'un enduit afin d'améliorer la maniabilité. Les entraîneurs d'air (EA) augmentent la maniabilité du mortier grâce à la formation de bulles d'air, qui sont incorporées dans la matrice du matériau [87]. Dans la matrice du mortier, les molécules d'entraîneur d'air s'orientent à l'interface air-eau de manière que l'extrémité hydrophile soit en immersion dans l'eau tandis que l'extrémité hydrophobe demeure exposée à l'air, conduisant ainsi à la création de cavités sphériques stables [88].

Dans le domaine de la recherche scientifique, les investigations concernant l'impact de l'intégration des EA dans les mortiers à base de chaux aérienne restent limitées [69, 82, 89, 90]. Plus spécifiquement, aucune étude n'a abordé l'évaluation des effets de ces additifs dans des mortiers à la chaux aérienne formulés avec de la pierre calcaire concassée comme granulat. L'entraîneur d'air ajouté à la composition de l'enduit développé est le sulfonate d'alpha-oléfine sodique, un agent de nature anionique. Selon Cultrone [73], l'intégration d'un entraîneur d'air dans un mortier à la chaux modifie la texture du matériau par la formation de bulles d'air arrondies. Silva et al. [82] ont étudié l'impact de trois entraîneurs d'air différents sur un mortier composé de chaux aérienne et de sable siliceux : le sulfate de dodécyle sodique, le sulfonate d'alpha-oléfine sodique et la bétaine de cocamidopropyle. Parmi ceux-ci, la bétaine de cocamidopropyle s'est avérée la plus efficace en raison de sa nature amphothérique, induisant une augmentation du diamètre des pores de 4 à 500 microns. En comparaison, les deux autres agents de nature anionique, ont induit une augmentation des pores dans un intervalle de 4 à 40 microns. De plus, les auteurs ont indiqué que l'ajout de ces additifs a un impact significatif sur la réduction de la quantité d'eau nécessaire pour atteindre un étalement spécifique lors du test de la table à choc.

Le test de la table à choc, fréquemment utilisé pour évaluer la consistance et déterminer la bonne maniabilité des mortiers frais, est une méthode couramment employée par de nombreux chercheurs,

notamment pour les mortiers à la chaux [73, 82, 91 - 93]. Ce test détermine la quantité d'eau optimale à ajouter aux constituants secs du mortier pour former une pâte maniable, en ciblant un diamètre d'étalement de référence après un nombre défini de chocs. Conformément à la norme européenne [75], le diamètre de référence varie en fonction de la nature du liant utilisé dans la composition du mortier. Un diamètre d'étalement qui respecte les spécifications de la norme suggère une bonne consistance, garantissant une bonne maniabilité. Un diamètre d'étalement supérieur aux valeurs prescrites par la norme présentera une grande fluidité, pouvant dégrader la maniabilité et affecter l'application du mortier. À l'opposé, un diamètre d'étalement inférieur à la norme signale un mortier plus sec, très ferme, ce qui peut également entraîner des difficultés lors de sa mise en œuvre.

Le test de fall-cone est couramment employé pour la détermination des limites d'Atterberg (limites de liquidité et de plasticité) des sols [97, 98]. Plus récemment, ce test a été utilisé dans le domaine de l'impression 3D des mortiers à base de ciment à prise rapide pour évaluer leurs propriétés thixotropiques [99, 100]. Le principe du test consiste à mesurer la profondeur de pénétration d'un cône dans un échantillon de matériau frais sous l'effet de son propre poids. Dans le cas des mortiers à base de ciment, une réduction de la profondeur de pénétration du cône au fil du temps est constatée, résultant du durcissement rapide lors de la prise du ciment [99, 100]. Pour les mortiers à base de chaux, la profondeur de pénétration ne varie quasiment pas durant les premières heures après la préparation. Cela est dû à la cinétique de durcissement relativement lente de ces mortiers, un processus pouvant durer de nombreux jours [80].

Les agents colloïdaux ou modificateurs de viscosité sont généralement utilisés pour améliorer l'adhérence du mortier et faciliter son application [101, 102]. Izaguirre et al. [103] ont comparé l'effet de deux agents colloïdaux sur des mortiers à la chaux aérienne : l'un à base d'éther de cellulose et l'autre à base de gomme de guar. À l'état frais, des quantités d'eau plus élevées étaient nécessaires pour obtenir la consistance requise dans les mortiers contenant ces additifs. De plus, les auteurs ont constaté une augmentation de la teneur en air et du temps de prise. Zizlavský et al. [104] ont évalué l'effet de plusieurs types d'agents colloïdaux, notamment la gomme gellane, la gomme xanthane, la gomme diutane, le sel sodique de l'acide alginique et le carraghénane, sur les propriétés des mortiers à la chaux avec un rapport eau/liant constant. La plupart de ces additifs étaient responsables d'une diminution de la maniabilité et de la densité apparente, d'une augmentation de la rétention d'eau et d'une légère augmentation de la teneur en air. Silva et al. [105] ont indiqué que l'ajout d'un agent colloïdal dans la composition du mortier à la chaux aérienne entraîne un effet épaississant, ce qui, pour un rapport eau/ciment constant, induit une réduction des mesures de maniabilité et de profondeur de pénétration.

Malgré la grande importance de l'adhérence lors de l'application de certains types de mortiers ou d'enduit, notamment les enduits de finition, l'examen de la littérature scientifique disponible à ce jour a révélé une absence d'études portant sur l'évaluation de l'adhérence des mortiers et enduits à base de

chaux à l'état frais en utilisant des méthodes de test expérimentales. Face à cela, nous proposons dans cette partie du travail de développer une méthodologie expérimentale permettant de quantifier l'adhérence d'un mortier à l'état frais et de suivre son évolution dès son contact avec le support jusqu'à son décollement.

3. Matériaux et formulations

Les principaux matériaux utilisés pour la formulation des différents enduits étudiés dans ce chapitre sont la poudre de tuffeau et la chaux aérienne. En complément de ces deux matériaux, quatre additifs sous forme de poudre ont été utilisés : un superplastifiant (SP) pour réduire la demande en eau nécessaire pour atteindre un étalement spécifique, un compensateur de retrait (CR) pour minimiser le retrait et prévenir la fissuration, un entraîneur d'air (EA) pour améliorer la maniabilité à l'état frais et un agent colloïdal (AC) pour optimiser l'adhérence. En plus de ces matériaux, le sable calcaire fin a été utilisé à des fins de comparaison en substitution de la poudre de tuffeau dans la composition de l'enduit de référence (sans additifs). Cette démarche avait pour but d'évaluer l'effet du type de granulat sur le comportement à l'état frais. Les caractéristiques de chacun de ces matériaux sont présentées dans la section dédiée aux matériaux du premier chapitre ([chapitre 1 section 3.3.5.](#)).

Afin d'évaluer et d'analyser les différences de comportement entre l'enduit optimal et l'enduit de référence sans additifs, ainsi que pour quantifier et comprendre l'effet des additifs sur les propriétés de l'enduit, onze formules ont été étudiées : la formule optimale (OPT) contenant tous les additifs, la formule de référence (REF) sans aucun additif, quatre formules comportant chacune un seul additif à la fois, quatre formules élaborées en retirant un seul à la formule optimale, et une formule de sable calcaire (SC) contenant le sable calcaire fin à la place de la poudre de tuffeau dans la formule de référence. Pour l'ensemble des formules étudiées, la proportion de chaux a été fixée à 15 % de la masse totale sèche (chaux + poudre de tuffeau). Cette proportion a été déterminée lors de la phase de pré-formulation ([chapitre 1 section 4.2.2.](#)).

La préparation des enduits nécessite l'ajout d'une quantité appropriée d'eau pour former une pâte ayant la capacité de s'étaler et d'adhérer efficacement aux surfaces verticales. La demande en eau pour toutes les formulations étudiées a été déterminée à l'aide de la table à choc, correspondant à la quantité d'eau nécessaire pour obtenir le diamètre d'étalement de la norme de 165 ± 3 mm pour les mortiers à la chaux aérienne. Cette demande en eau est exprimée en pourcentage de la masse sèche. La demande en eau initiale a été fixée à 50 %, puis elle a été ajustée jusqu'à trouver la demande en eau optimale pour chaque formule selon la table à choc. Le tableau 13 présente les différentes formules étudiées, leurs désignations, ainsi que les dosages des additifs qui ont été déterminés lors de la phase d'optimisation de la formule de référence.

Tableau 13 : Composition des onze formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble de formulations, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin. Le dosage des additifs est en fonction de la masse totale des composants secs.

Formule	SP [%]	CR [%]	EA [%]	AC [%]
SC	–	–	–	–
REF	–	–	–	–
+SP	0,37	–	–	–
+CR	–	0,22	–	–
+EA	–	–	0,10	–
+AC	–	–	–	0,10
OPT	0,37	0,22	0,10	0,10
–SP	–	0,22	0,10	0,10
–CR	0,37	–	0,10	0,10
–EA	0,37	0,22	–	0,10
–AC	0,37	0,22	0,10	–
SP : superplastifiant, CR : compensateur de retrait, EA : entraîneur d'air, AC : agent colloïdal				

4. Maniabilité

4.1. Méthodes

4.1.1. Table à choc

L'étude des effets des additifs et du type de granulat sur la maniabilité de l'enduit à l'état frais a été réalisée en maintenant un étalement constant, mesuré par la table à choc. Pour toutes les formulations étudiées, la demande en eau a été définie comme la quantité nécessaire pour obtenir l'étalement de référence de $16,5 \pm 0,3$ cm. La procédure de ce test est détaillée dans la section de pré-formulation du premier chapitre. Pour chaque formule, un minimum de trois échantillons a été testé. La figure 41.a illustre le test de la table à choc.

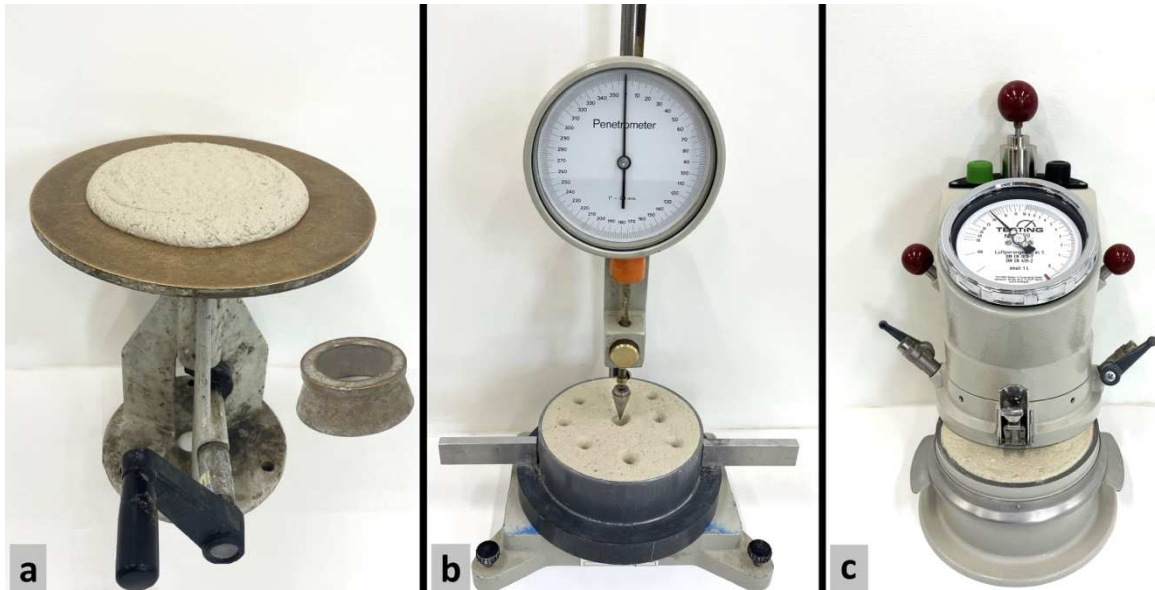


Figure 41 : (a) Test de la table à choc; (b) Test du fall-cone; (c) Aéromètre, test de la teneur en air

4.1.2. Fall-cone

La figure 41.b présente le dispositif expérimental utilisé pour le test du fall-cone, réalisé conformément à la norme NF EN ISO 17892-12 [106]. La démarche suivie est la suivante : après le malaxage de l'enduit, la pâte obtenue a été placée dans un récipient circulaire de 15 cm de diamètre et 5 cm de profondeur. Ce récipient a ensuite été posé sur une table vibrante et soumis à 30 secousses pour assurer une distribution uniforme du matériau. Tout excès de matériau a été soigneusement éliminé en lissant la surface du récipient. Ensuite, le matériau a reposé pendant 2 minutes avant la réalisation de la première mesure. La pointe du cône a été positionnée sur la surface de l'échantillon puis lâchée librement. Après un délai de 5 secondes, la profondeur de pénétration dans l'échantillon a été enregistrée. La profondeur de pénétration a été mesurée toutes les 30 secondes sur chaque échantillon, pour un total de 9 points distincts, en maintenant une distance de 2 cm entre chaque mesure. La profondeur de pénétration indiquée pour chaque formulation correspond à la moyenne obtenue sur trois échantillons testés. La masse du cône utilisée était de 180 g, composée de 80 g pour le cône lui-même et de 100 g de masse ajoutée, afin de garantir une pénétration stable du cône dans le matériau. L'angle du cône était de 60°.

4.1.3. Teneur en air et densité apparente

La teneur en air a été mesurée conformément à la norme EN 459-2 [75], en utilisant un aéromètre Luftgehaltsprüfer d'une capacité de 1 L (voir figure 41.c). Ce dispositif est constitué de deux parties : la partie inférieure, qui est le récipient, et la partie supérieure, la chambre de pression. Cette dernière génère une pression spécifique à l'aide d'une pompe à air manuelle. Après assemblage et scellement des deux parties pour former un système clos, la soupape de décharge est ouverte, permettant ainsi de

transférer la pression dans le récipient contenant le mortier. La diminution de la pression reflète la teneur en air du mortier [107, 108], déterminée par la compressibilité des bulles d'air. Pour le test, le mortier a été introduit dans le récipient de l'aéromètre, mesurant 8 cm de profondeur et 12,5 cm de diamètre, en deux couches compactées manuellement avec une tige en acier. L'excédent de matériau a été retiré en lissant la surface du récipient. Ensuite, le récipient et la chambre de pression ont été assemblés à l'aide de pinces, puis l'air a été comprimé via la pompe après avoir appuyé sur le bouton TEST. La teneur en air, exprimée en pourcentage, a été indiquée sur le manomètre situé sur la partie supérieure de l'aéromètre.

La densité apparente a été évaluée conformément à la norme EN 459-2 [75]. Après avoir malaxé le mortier, la pâte obtenue a été placée dans le même récipient de l'aéromètre en deux couches, chacune compactée manuellement à l'aide d'une tige en acier. La surface a été lissée pour éliminer l'excès de matériau avant la mesure de la densité. Pour chacune des deux propriétés mesurées, trois échantillons ont été testés pour chaque formulation étudiée, et les valeurs rapportées ci-dessous sont des moyennes.

4.2. Résultats

4.2.1. Évaluation de la demande en eau pour la consistance normalisée mesurée par la table à choc

La figure 42 présente la demande en eau [W] permettant d'obtenir l'étalement de référence de 165 ± 3 mm à la table à chocs pour les différentes formulations étudiées. La formule de référence sans additifs (REF) présente une demande en eau (W) élevée de 48 %, cela en raison de la particularité du granulats utilisé (la poudre de tuffeau), qui est composée de grains fins et poreux ayant une forte capacité de rétention d'eau [15]. La substitution de la poudre de tuffeau par le sable calcaire fin dans la formule SC entraîne une diminution significative de la demande en eau donnant l'étalement de référence, passant de 48 % à 24 %. Cette diminution est attribuable à la différence de taille des grains et de propriétés intrinsèques des deux granulats. D'après les courbes granulométriques des deux granulats, le sable calcaire fin contient quatre fois moins de grains de taille inférieure à 80 μm en comparaison avec la poudre de tuffeau et ses grains ne sont pas poreux. L'ajout de superplastifiant (SP) à la formule REF a entraîné une diminution significative de la demande en eau, d'environ 20 %. L'utilisation de compensateur de retrait (CR) n'a pas eu d'effet observable sur la demande en eau de l'enduit. L'ajout de cet additif à la formule REF ou son exclusion de la formule OPT n'a pas modifié le diamètre d'étalement pour une quantité d'eau de gâchage identique. Ce comportement du CR était attendu, étant donné que ce type d'additif nécessite un certain délai avant de commencer à exercer son effet. L'ajout de l'agent colloïdal dans la formule +AC a entraîné une augmentation significative de la demande en eau nécessaire pour obtenir le diamètre d'étalement visé. Cette hausse est due à la capacité de l'AC à fixer l'eau libre au sein de la matrice du mortier, entraînant ainsi une augmentation de la viscosité [73]. Du

point de vue pratique, l'intégration de l'AC optimise l'application de l'enduit en assurant une distribution plus uniforme sur le support, une meilleure plasticité, et surtout, une adhérence renforcée sur les surfaces verticales. La demande en eau de la formule optimale avec additifs est donc identique à celle de la formule de référence sans additifs. En effet, la réduction de la quantité d'eau due à l'ajout du SP était compensée par l'effet de l'AC, qui augmente la demande en eau. Il a été observé que l'ajout de l'entraîneur d'air (EA) n'a pas réduit la demande en eau requise pour atteindre un étalement spécifique. Cette constatation contraste avec les résultats de B.A. Silva [82], qui rapportait un impact significatif des EA dans la diminution de la quantité d'eau. D'après les résultats de la table à choc, l'intégration de l'EA au mélange n'a quasiment pas affecté ni l'étalement ni la consistance. Il est important de souligner cela, étant donné que les EA sont couramment utilisés dans la composition des mortiers afin d'optimiser la consistance et d'améliorer la maniabilité. Selon les résultats de la table à choc, les formules optimale (OPT) et de référence (REF) présentaient la même demande en eau et le même diamètre d'étalement à la table à chocs. Cependant, en termes de maniabilité réelle et d'application, les deux enduits sont très différents. La formule optimale se distingue par une meilleure maniabilité, étant plus malléable et facile à étaler sur une surface verticale avec l'outil approprié. En revanche, la formule de référence est plus dense et difficile à appliquer avec le même outil. En raison de sa maniabilité insatisfaisante, la formule de référence ne pourrait pas être appliquée comme couche de finition, malgré sa conformité avec la norme de consistance de la table à choc pour les mortiers à la chaux. En tenant compte des résultats obtenus avec la table à choc, il est observé que ce test n'a pas permis de détecter l'effet de l'ajout de certains d'additif sur la maniabilité de certaines formules étudiées, en particulier l'entraîneur d'air (EA). En conséquence, il s'est avéré crucial d'élargir l'analyse avec un test supplémentaire, capable de quantifier les modifications qualitatives observées au niveau de la consistance de l'enduit, afin d'identifier clairement les améliorations apportées à la maniabilité du matériau.

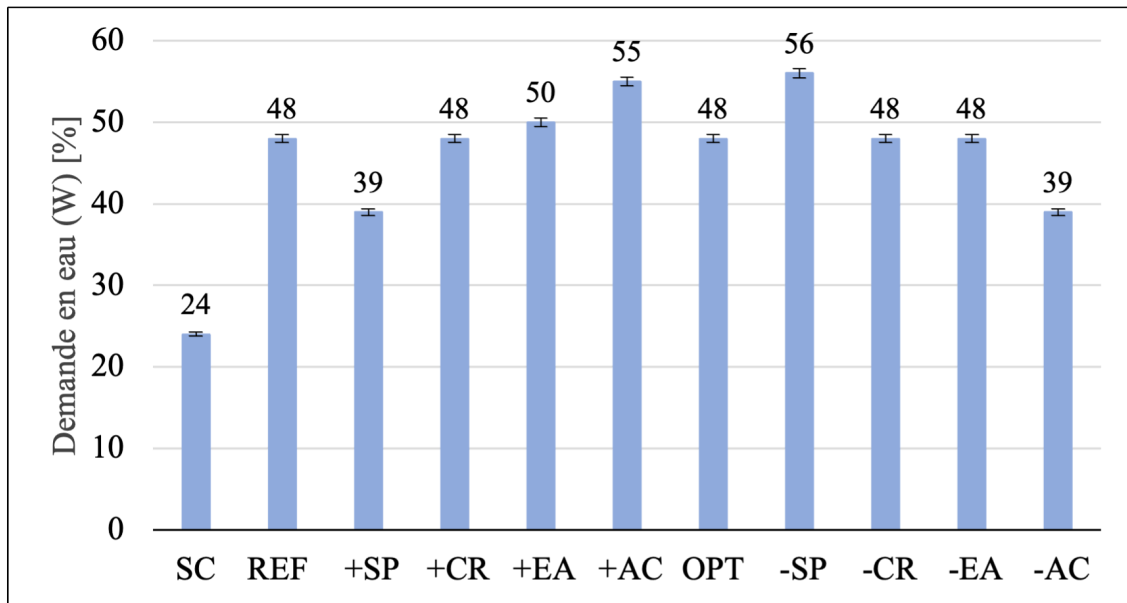


Figure 42 : Demande en eau nécessaire pour obtenir le diamètre d'étalement de référence de $16,5 \pm 0,3$ cm à la table à choc pour les différentes formulations étudiées

4.2.2. Évaluation de la consistance par le fall-cône

Le test de fall-cône a été employé dans cette étude pour une évaluation supplémentaire et plus approfondie de la consistance et de la maniabilité des différentes formules étudiées. Ce test permet de mesurer la pénétration d'un cône métallique standardisé dans un échantillon de mortier frais. Une grande pénétration signifie que le mortier présente une faible résistance à l'enfoncement du cône, caractérisée par une consistance souple et maniable. Inversement, une faible pénétration signifie que le mortier présente une forte résistance à l'enfoncement du cône, caractérisée par une consistance dense et peu maniable. La technique employée durant l'application d'un enduit de finition exige une consistance assez souple et fortement maniable. En effet, les outils utilisés pour l'application compressent significativement l'enduit afin de l'étaler pendant le lissage de la surface à couvrir, ce qui permet d'obtenir une couche de finition lisse et homogène. Par conséquent, la maniabilité de l'enduit impacte directement son aspect final. La figure 43 présente les valeurs de la profondeur de pénétration dans les différentes formules étudiées possédant la teneur en eau déterminée en respectant la norme utilisant la table à chocs.

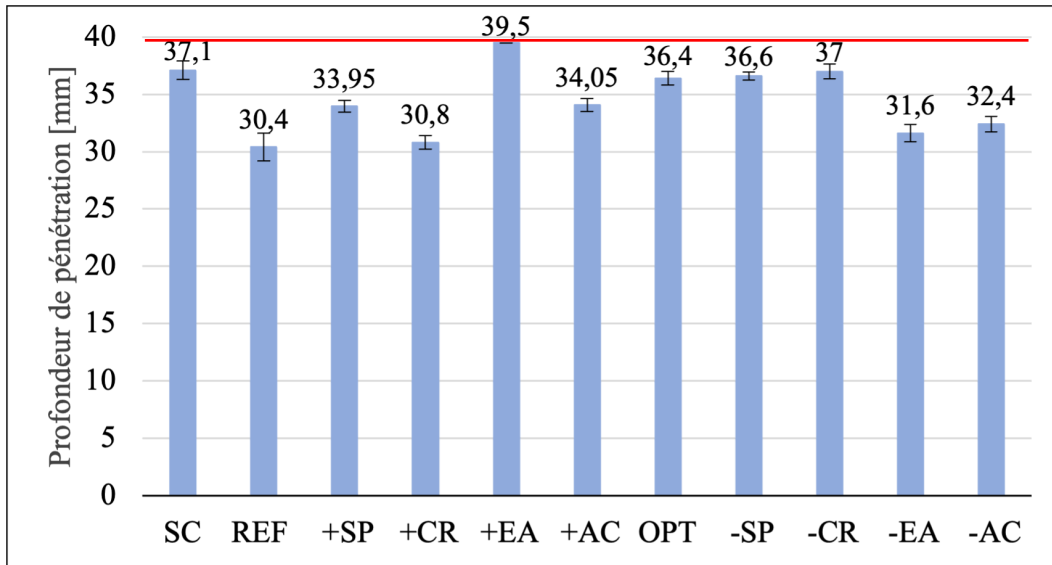


Figure 43 : Profondeur de pénétration par le fall-cone pour les différentes formulations étudiées

D'après l'analyse comparative menée sur les profondeurs de pénétration, la valeur pour la formule optimale (OPT) est de 36,4 mm, contre 30,4 mm pour la formule de référence (REF). Cette augmentation significative de la profondeur de pénétration, d'environ 20 %, met en évidence des comportements distincts entre les deux formules, alors qu'ils sont censés avoir la même consistance au regard du test à la table à chocs car elles ont le même étalement. Comparée à celle de la formule REF, la formule OPT présente une consistance beaucoup plus souple et malléable, ce qui facilite l'application et rend cette formule supérieure en termes de maniabilité réelle. Cela indique que l'utilisation du test du fall-cone a fourni une quantification objective de l'amélioration de la maniabilité de l'enduit avec ses additifs, un critère qui était auparavant observé de manière qualitative lors de l'application. Selon les résultats obtenus par la table à chocs, l'ajout de l'entraîneur d'air (EA) à la formule REF n'a pas affecté l'étalement ni la maniabilité à l'état frais. Cependant, la profondeur de pénétration de la formule +EA est supérieure de 30 % par rapport à la formule REF, démontrant ainsi clairement un effet de l'EA sur la consistance du matériau. En effet, une profondeur de pénétration plus grande indique une consistance plus souple, entraînant ainsi une amélioration de la maniabilité ce qui facilite l'application. De façon similaire, l'élimination de l'entraîneur d'air (EA) de la formule optimale n'a pas induit de modification significative selon les mesures effectuées avec la table à chocs. En revanche, cela a entraîné un grand changement dans le comportement de l'enduit selon le test du fall-cone, caractérisé par une diminution de la profondeur de pénétration de l'enduit, passant de 39,5 mm à 31,6 mm (39,5 mm étant la profondeur maximale de l'appareil du fall-cone utilisé). Concernant le compensateur de retrait (CR), l'ajout ou l'élimination de cet additif dans la composition de l'enduit n'a pas eu d'impact significatif sur les mesures de pénétration obtenues par le fall-cone, ce qui est cohérent avec les résultats obtenus par la table à choc. L'ajout individuel de superplastifiant (SP) et d'agent colloïdal (AC) à la formule REF a entraîné un effet similaire sur la profondeur de pénétration, passant de 30,4 mm pour la formule REF à

environ 34 mm pour les formules +SP et +AC. Cette augmentation de la pénétration est moins significative que celle observée avec l'EA. Toutefois, elle indique quand même une amélioration de la maniabilité de l'enduit, qui se caractérise par une manipulation plus facile du matériau. Concernant la formule +SP, l'augmentation de la pénétration observée peut être attribuée à l'action de cet additif qui facilite l'écoulement du matériau en réduisant l'amplitude des forces d'attraction entre les particules [48, 62]. Parallèlement, la diminution de la demande en eau de cette formule à 39 %, par rapport à 48 % pour la formule REF, restreint cette amélioration de la maniabilité. L'effet majeur du superplastifiant (SP) se manifeste principalement par la diminution de la demande en eau nécessaire pour obtenir un étalement spécifique, tout en ayant un effet relativement faible sur l'amélioration de la maniabilité de l'enduit. L'accroissement de la pénétration du cône dans l'enduit de la formule +AC est associé à l'augmentation de la demande en eau à 55 %, par rapport à 48 % pour la formule REF.

4.2.3. Variation de la teneur en air et de la densité apparente

Les teneurs en air des différentes formules étudiées sont présentées dans la Figure 44. L'ajout de l'entraîneur d'air (EA) dans la formule de référence (REF) a induit une augmentation considérable de la quantité d'air, passant de 3,4 % à 27 %. Cette hausse notable de la teneur en air indique une modification significative de la consistance du matériau, qui devient plus légère. En conséquence, une diminution de la densité du matériau est observée à la suite de l'incorporation de microbulles d'air dans la matrice de l'enduit. Étant plus léger, l'enduit devient plus malléable, ce qui facilite son application. La formule optimale (OPT) présente une teneur en air de 19,5 %, ce qui représente six fois plus de bulles d'air par rapport à la formule REF avec une teneur de 3,4 %. Cette teneur en air plus élevée de la formule OPT, due à l'ajout de l'EA, est directement corrélée à l'augmentation de la maniabilité observée pour cette formule. Il convient de souligner que, premièrement, l'enduit est destiné à être appliqué en une couche de finition fine d'environ 5 mm d'épaisseur. Deuxièmement, la technique adoptée lors de l'application, souvent le talochage, entraîne une élimination partielle des bulles d'air créées. Ces deux facteurs contribuent à la réduction de la quantité finale de bulles d'air dans l'enduit.

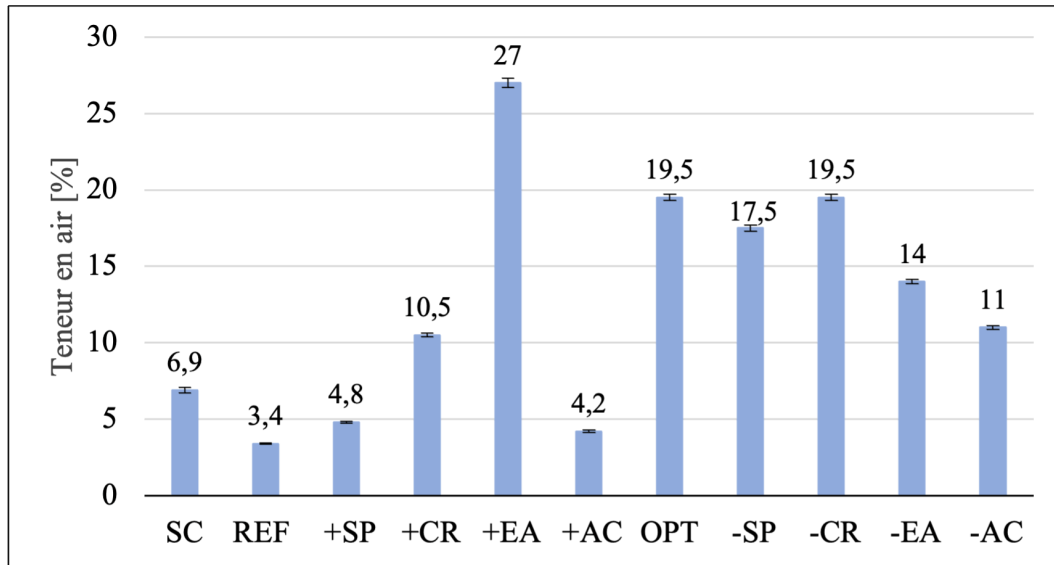


Figure 44 : Teneur en air des différentes formulations étudiées. La ligne rouge indique la teneur en air de la formule REF, tandis que la ligne verte spécifie celui de la formule OPT

D'après les résultats de la teneur en air, l'entraîneur d'air (EA) et le compensateur de retrait (CR) constituent les principaux additifs contribuant à l'augmentation de la teneur en air. Cependant, l'EA joue un rôle prépondérant dans cette augmentation. Les formules +SP et +AC présentent des teneurs en air proches, atteignant respectivement 4,8 % et 4,2 %. Malgré une différence significative dans leur demande en eau, avec 39 % pour la formule +SP et 55 % pour la formule +AC, les deux formules montrent un comportement uniforme tant en termes de profondeur de pénétration, mesurée à 34 mm, qu'en termes de teneur en air, d'environ 4,5 %. L'élimination de l'agent colloïdal (AC) de la formule optimale (OPT) a entraîné une diminution significative de la teneur en air, passant de 19,5 % à 11 %, malgré le maintien de l'EA dans la composition de l'enduit. Cette observation est attribuée à l'action de l'AC, connu pour augmenter la viscosité du mélange, comme le souligne Khayat [73]. En conséquence, une matrice de mortier plus visqueuse est susceptible de retenir une plus grande quantité d'air. Donc, l'élimination de l'AC de la formule OPT a facilité l'échappement de l'air, entraînant ainsi une diminution de la teneur en air de l'enduit. Les mesures de la densité apparente des différentes formules étudiées montrent clairement une corrélation étroite avec la quantité de bulles d'air incorporées. Comme l'illustre la figure 45, une relation inverse est observée : la densité apparente diminue proportionnellement avec l'augmentation de la teneur en air. En effet, un accroissement de la quantité d'air dans l'enduit entraîne une réduction de la masse du matériau pour un volume donné.

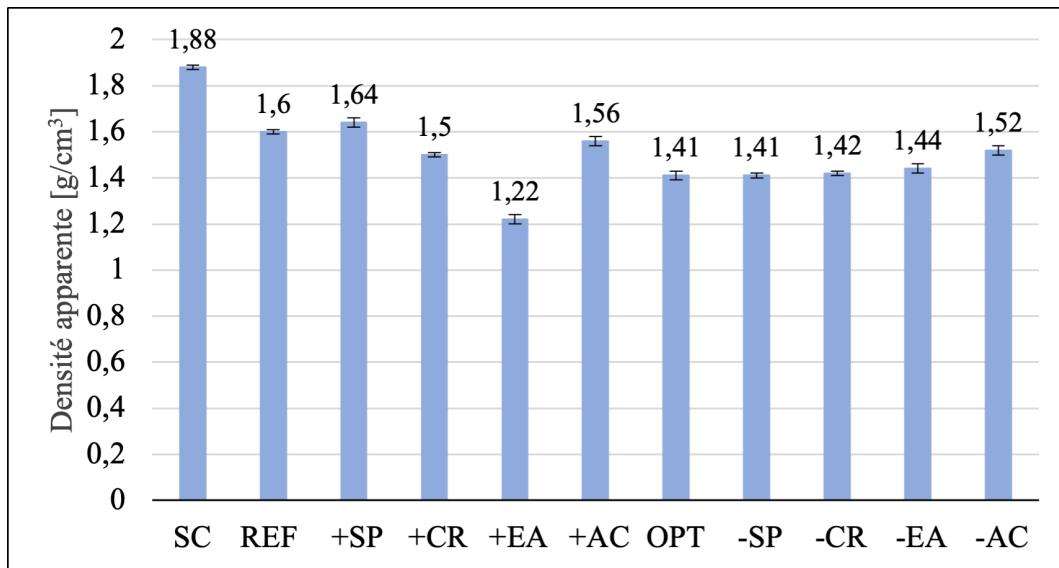


Figure 45 : Densité apparente à l'état frais des différentes formulations étudiées

4.3. Synthèse et apports de l'évaluation de la maniabilité

L'analyse des résultats obtenus avec la table à choc révèle que, pour certains types de mortier, notamment les enduits de finition, et pour certaines compositions, en particulier celles contenant une quantité importante de bulles d'air, ce test normatif, souvent utilisé pour déterminer la bonne consistance en termes de maniabilité et d'application, peut s'avérer insuffisant pour identifier la consistance appropriée ou pour évaluer l'impact de certains additifs sur la maniabilité. Les résultats obtenus avec le fall-cone ont démontré qu'il peut servir de test complémentaire pour évaluer la maniabilité d'un enduit à base de chaux à prise lente. Ainsi, la méthodologie présentée dans cette étude, qui combine l'emploi de ces deux tests pour l'évaluation de la maniabilité d'un enduit de finition formulé avec de la poudre de tuffeau, de la chaux aérienne et divers additifs, s'est avérée efficace pour quantifier l'impact de ces additifs sur la consistance et la maniabilité de l'enduit. Le test du fall-cone a permis non seulement de confirmer mais aussi de quantifier l'amélioration qualitative de la maniabilité de l'enduit optimal par rapport à celle de l'enduit de référence sans additifs. Ce test a également révélé que cette maniabilité optimisée est attribuable à l'utilisation de l'entraîneur d'air (EA), soulignant ainsi l'impact significatif de cet additif sur la maniabilité de l'enduit. Le superplastifiant (SP) a principalement exercé son action en diminuant la demande en eau nécessaire pour obtenir un étalement spécifique. Toutefois, son impact sur la maniabilité de l'enduit s'est révélé relativement modéré. L'ajout ou l'exclusion du compensateur de retrait (CR) dans le mélange de l'enduit n'a pas affecté significativement la consistance ni la maniabilité de l'enduit. L'intégration de l'agent colloïdal (AC) avec l'entraîneur d'air (EA) a entraîné une augmentation de la capacité de rétention d'air entraîné au sein de la matrice de l'enduit.

5. Adhérence à l'état frais

L'adhérence de l'enduit à l'état frais conditionne significativement le comportement du matériau pendant l'application, affectant directement sa tenue en place sur la surface destinée à être couverte. Il est impératif que l'enduit satisfasse à des critères qualitatifs pour assurer une adhérence optimale. Parmi ces critères, une liaison adhésive suffisante avec le support est nécessaire pour garantir que le matériau reste collé sur des surfaces verticales, sans glissement ni chute. Pour autant, l'enduit ne doit pas rester collé à l'outil qui sert à l'appliquer. Il s'agit donc de trouver le bon compromis, car si trop peu d'adhésion risquerait d'entraîner une chute ou un affaissement du matériau frais appliqué sur une surface verticale, trop d'adhésion risquerait de provoquer un arrachement de l'enduit en restant collé à l'outil d'application.

5.1. Méthode de mesure d'adhérence

À l'issue de notre revue de la littérature scientifique relative aux mortiers et enduits à base de chaux et des normes en vigueur pour ces matériaux, il apparaît qu'aucune étude ou spécification actuelle ne porte sur l'évaluation de l'adhérence de ces matériaux à l'état frais. Par conséquent, nous avons pris l'initiative de concevoir et de développer un protocole expérimental innovant destiné à la quantification de cette propriété essentielle pour le matériau développé. Ce nouveau protocole permet d'évaluer l'adhérence des différentes formulations d'enduit. La méthodologie repose sur un test expérimental qui intègre des mesures quantitatives, telles que la force nécessaire pour détacher l'enduit de différents matériaux et son évolution dans le temps, ainsi que la quantité de matière résiduelle sur l'outil d'application et sur le support après le décollement, le tout effectué selon des paramètres maîtrisées et reproductibles. Ces mesures sont conçues pour être répétables et fiables, offrant ainsi une base solide pour comparer le comportement d'adhérence des différentes formules étudiées.

Le dispositif développé pour le test se compose de deux parties principales. La partie supérieure comprend un plateau fixe sur lequel est posée une balance de précision, servant de capteur de force à forte sensibilité. Sous le crochet peseur situé dans la partie inférieure de la balance, le plateau est perforé pour permettre l'attachement d'une tige métallique de 1 cm de diamètre. Cette tige, traversant le plateau de quelques centimètres, se visse à son extrémité inférieure à une pastille métallique de 8 cm de diamètre, servant de support sur lequel adhère l'enduit à tester. La partie inférieure du dispositif est formée par la traverse de la presse, au-dessus de laquelle repose une boîte mesurant 10 cm de largeur et de longueur, et 1,3 cm d'épaisseur. L'enduit est appliqué dans cette boîte à l'aide d'une taloche métallique. Une fois l'enduit mis en place, les deux parties du dispositif sont mises en contact, et la surface externe du support est soigneusement enfoncée dans l'enduit afin de favoriser l'adhérence et d'optimiser l'interaction entre le support et l'enduit. Ensuite, un mouvement descendant est imposé à

la traverse de la presse. Cette action exerce une force de traction qui augmente progressivement jusqu'à ce que l'enduit se détache complètement du support.

La balance, connectée à un ordinateur, enregistre automatiquement la masse toutes les dix secondes. Ensuite, les mesures de masse obtenues en kilogramme sont converties en valeurs de force d'adhérence en Newton, conversion réalisée en multipliant les données de masse recueillies par la balance par la constante de l'accélération gravitationnelle ($g = 9,81 \text{ m/s}^2$). A partir de ces mesures, l'analyse de la force d'adhérence des formules étudiées en fonction du temps écoulé et sa valeur maximale sont enregistrées. La figure 46 présente une schématisation du protocole développé pour la mesure de l'adhérence à l'état frais et la figure 47 présente une photographie du dispositif utilisé au laboratoire.

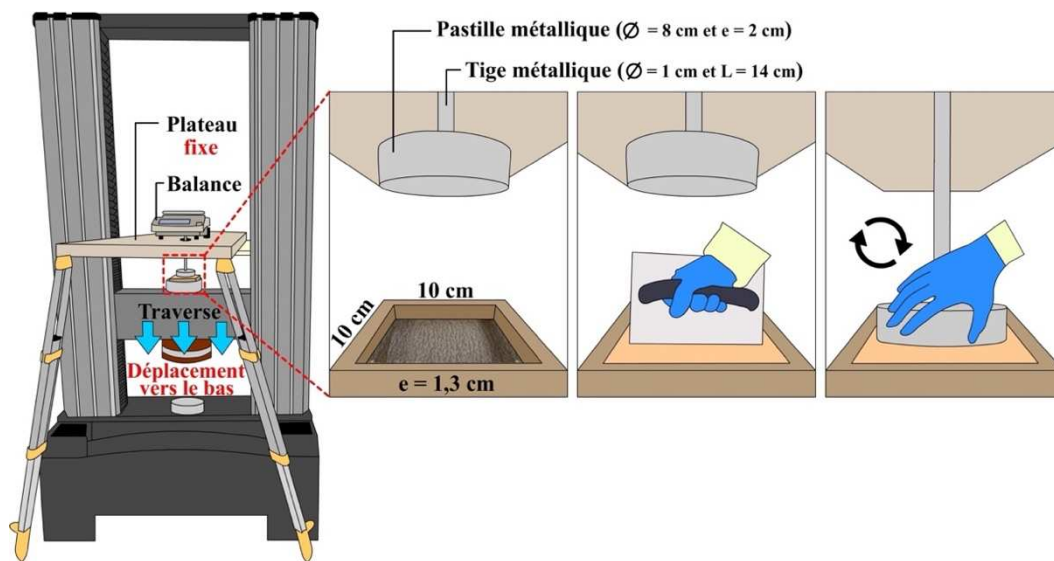


Figure 46 : Schématisation du protocole développé pour la mesure de l'adhérence à l'état frais



Figure 47 : Dispositif utilisé au laboratoire pour la mesure de l'adhérence à l'état frais

5.1.1. Données brutes d'un test d'adhérence

Le test d'adhérence permet d'analyser l'évolution de la force d'adhérence en fonction de l'écartement progressif entre le support et l'enduit, qui augmente avec le temps écoulé, permettant ainsi de tracer une courbe représentative de l'adhérence. Cette courbe décrit la relation entre la force d'adhérence et le temps. L'analyse de cette courbe permet de comprendre et de caractériser le comportement d'adhérence d'un matériau. Les données clés à considérer comprennent : la force d'adhérence maximale (F_{max}) ; le temps nécessaire pour atteindre cette force maximale (t_{Fmax}) ; le temps de plateau ($t_{plateau}$), considéré comme la fin de la mesure de l'adhérence et représentant la durée nécessaire pour atteindre une phase d'équilibre (un plateau), qui est atteint à la rupture de la continuité spatiale de l'enduit entre la boîte et le support ; enfin le résidu (R), qui désigne la quantité de matière restant collée sur le support après l'essai. La valeur finale de la force correspond à la masse combinée du support, de la tige et du résidu. Ainsi, pour quantifier précisément le résidu, il faut soustraire à la valeur finale d'une nouvelle pesée réalisée après nettoyage de toute matière restante collée au support. La figure 48 présente un exemple typique de courbe de la mesure de d'adhérence à l'état frais, illustrant la relation entre la force d'adhérence et le temps écoulé, tout en mettant en évidence les différents paramètres mentionnés précédemment.

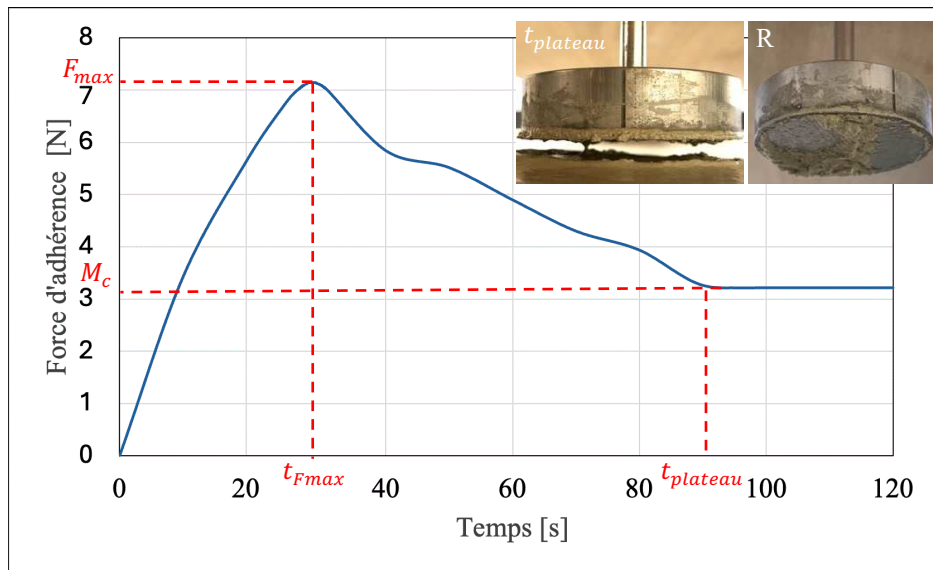


Figure 48 : Exemple typique d'une courbe d'adhérence avec les différents paramètres préliminaires clés : la force d'adhérence maximale (F_{max}), le temps de F_{max} (t_{Fmax}), le temps de plateau ($t_{plateau}$) et le résidu (R) à partir de la masse combinée (M_c) du support, de la tige métallique et du résidu

5.1.2. Détermination de la vitesse de déplacement

La vitesse de déplacement de la traverse de la presse est une variable qui peut influencer les mesures de l'adhérence à l'état frais obtenues. Pour cela, une étude préliminaire a été conduite en variant la vitesse de montée de la traverse avec les valeurs suivantes : 1, 3, 5, 8 et 10 mm/min. L'objectif de cette étude a été de déterminer l'effet de la vitesse sur les résultats de l'essai, afin d'identifier la vitesse la plus appropriée pour l'essai.

La figure 49 présente l'effet de la vitesse de déplacement sur les valeurs de la force d'adhérence maximale (F_{max}). Il a été constaté que la vitesse n'a pas d'effet significatif sur les valeurs de F_{max} , une valeur d'environ 7 N a été obtenue pour toutes les vitesses testées. La figure 50 présente le temps nécessaire pour atteindre F_{max} et le temps total de l'essai, les deux en fonction de la vitesse de déplacement. En ce qui concerne les paramètres temporels, la vitesse de déplacement affecte de manière considérable les mesures, en particulier la durée totale de l'essai. À une vitesse de 1 mm/min, le temps total d'essai était de 286 secondes. En augmentant la vitesse à 3 mm/min, ce temps a été réduit à 90 secondes, et à 10 mm/min, ce temps a été réduit à seulement 45 secondes. En considérant le nombre important d'échantillons à tester, dont certains présentent des formules à consistance collante nécessitant un temps d'essai plus long, il a été impératif de limiter la durée totale d'un test tout en s'assurant qu'elle soit suffisante, afin d'obtenir un nombre suffisant de points pour tracer la courbe d'adhérence et d'identifier avec plus de précision les différents paramètres. Ainsi, la vitesse de déplacement de 3 mm/min a été sélectionnée pour l'ensemble des échantillons testés, permettant d'optimiser le protocole.

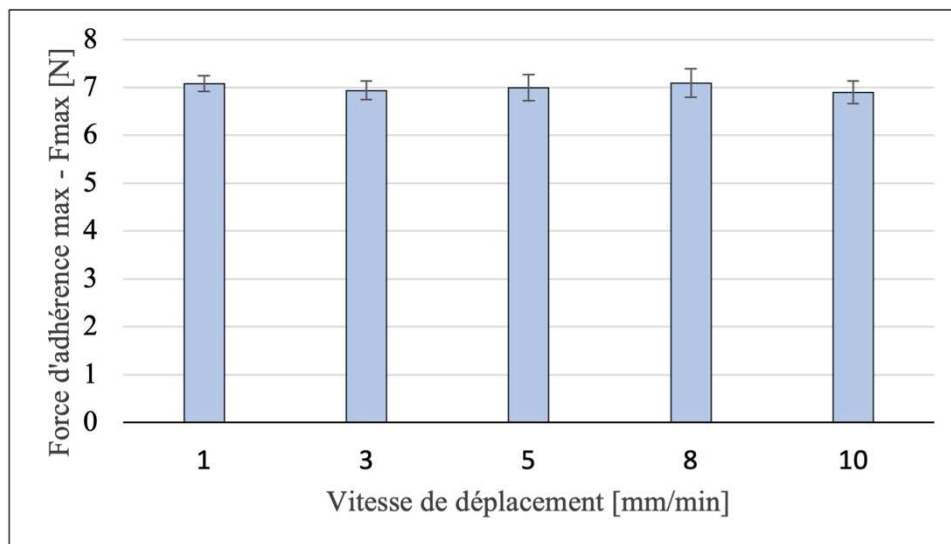


Figure 49 : Influence de la vitesse de déplacement de la presse sur la valeur de la force d'adhérence maximale (F_{max})

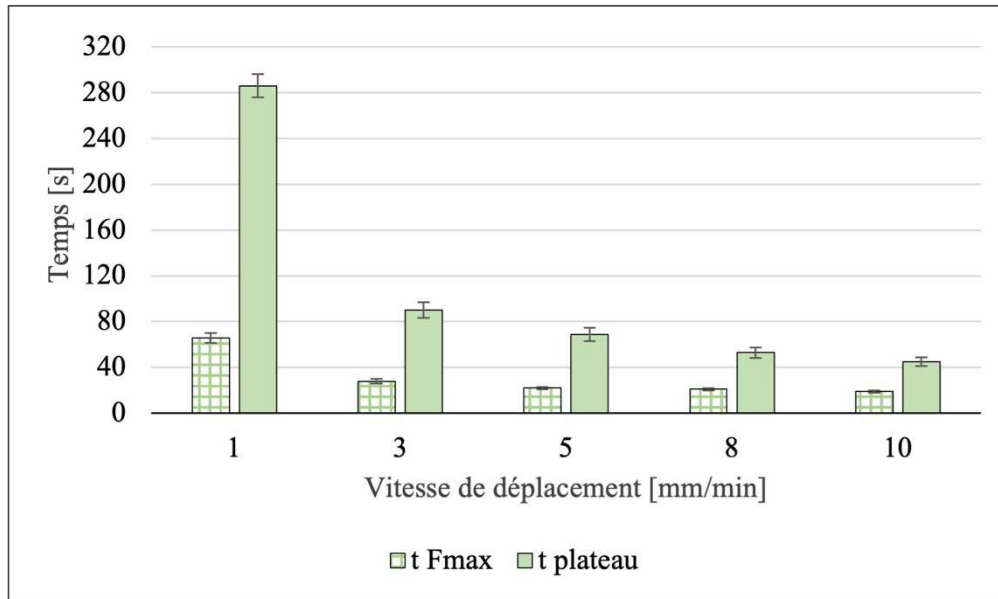


Figure 50 : Influence de la vitesse de déplacement de la presse sur le temps nécessaire pour atteindre la force d'adhérence maximale (t_{Fmax}) et le plateau ($t_{plateau}$) lors d'un essai

5.1.3. Conversion vers les paramètres d'adhérence

Dans le but d'approfondir l'analyse et d'améliorer l'interprétation des résultats, les données brutes obtenus à partir des données brutes issues d'un test d'adhérence à l'état frais ont été converties en nouveaux indicateurs, constituant les paramètres de mesure proposés pour ce nouveau protocole développé dans le cadre de ce travail (paramètres d'adhérence). Cette transformation vise à obtenir des paramètres plus faciles à interpréter, plus représentatifs des propriétés intrinsèques de chaque composition d'enduit testé, et qui prennent en compte des facteurs affectant les résultats, tels que la vitesse de déplacement et les dimensions de l'échantillon.

Cette approche permet une meilleure compréhension des propriétés d'adhérence à l'état frais de chaque formule étudiée et facilite également la comparaison entre différentes formules en fournissant des indicateurs plus précis. La force maximale d'adhérence (F_{max}) a été transformée en contrainte d'adhérence maximale (σ_{max}), exprimée en kPa, en prenant en compte la surface de l'enduit en contact avec le support d'un diamètre de 7,6 cm (voir l'équation 2.1). Le temps requis pour atteindre la force maximale (t_{Fmax}), correspondant également au temps nécessaire pour parvenir à la contrainte maximale ($t_{\sigma_{max}}$), a été transformé en allongement relatif lors de la contrainte maximale ($\Delta L/L_{\sigma_{max}}$), exprimé en pourcentage par rapport à l'épaisseur initiale. $\Delta L/L_{\sigma_{max}}$ a été calculé en prenant compte la vitesse de déplacement (V) de la presse, fixée à 3 mm/min, et l'épaisseur initiale (L) de la couche d'enduit testé, qui est de 1,3 cm (voir l'équation 2.2). Le temps de plateau ($t_{plateau}$) a été transformé en allongement relatif lorsque le plateau est atteint ($\Delta L/L_{plateau}$). Ce paramètre, exprimé également

en pourcentage par rapport à l'épaisseur initiale, a été calculé en suivant la même méthode que celle appliquée pour le calcul de $\Delta L/L_{\sigma_{max}}$ (voir l'équation 2.3). Le résidu (R) obtenu à la suite d'un test d'adhérence à l'état frais représente la quantité de matière restante collée sur le support, obtenue en grammes. Étant donné que la surface de l'enduit en contact avec le support est connue, ce résidu peut être exprimé en g/m^2 , correspondant à la quantité de matière qui reste collée par unité de surface. Cependant, la densité apparente à l'état frais varie selon la formule étudiée (voir figure 45), l'expression de R en g/m^2 , soit en quantité massique de matière restant attachée au support, s'avère être un indicateur moins fiable que la quantité de résidu exprimée en proportion volumique. En effet, négliger la densité apparente dans le calcul du résidu peut entraîner une interprétation erronée, laissant supposer qu'il y a plus ou moins de masse accrochée entre différentes formules étudiées, alors que cela ne correspond pas au même volume en raison de la densité apparente variable des formules testées. Par conséquent, il a été jugé plus approprié de présenter le résidu R en proportion volumique. Pour cette conversion du résidu de g/m^2 en pourcentage volumique, le calcul se fait en considérant le volume initial de l'échantillon testé, comprenant la surface (S) de l'enduit en contact avec le support (7,6 cm de diamètre), l'épaisseur initiale (L) de la couche d'enduit (1,3 cm d'épaisseur), la masse du résidu (R) obtenue en grammes ainsi que la densité apparente (ρ_{app}) de la formule étudiée (voir l'équation 2.4).

$$\sigma_{max} [kPa] = \frac{F_{max} [N]}{S [m^2]} \div 1000 \quad (Eq.2.1)$$

$$\Delta L/L_{\sigma_{max}} [\%] = \frac{t_{\sigma_{max}} [min] \times V [mm/min]}{L [mm]} \quad (Eq.2.2)$$

$$\Delta L/L_{plateau} [\%] = \frac{t_{plateau} [min] \times V [mm/min]}{L [mm]} \quad (Eq.2.3)$$

$$R [\%] = \frac{R [g]}{L [cm] \times S [cm^2]} \div \rho_{app} [g/cm^3] \quad (Eq.2.4)$$

5.1.4. Les supports utilisés

L'application de l'enduit peut être réalisée sur des supports de différentes natures : d'une part, les matériaux poreux tels que le béton cellulaire, certains enduits d'accroche, la pierre et les matériaux isolants biosourcés (fibre de bois, paille, tournesol...); d'autre part, les matériaux non poreux, tels que le polystyrène expansé, et les plaques de plâtre peintes. L'enduit va également réagir avec l'outil d'application, souvent en acier inoxydable ou en plastique, qui sont des matériaux non poreux. Par conséquent, il est essentiel d'étudier l'adhérence de l'enduit avec les différents matériaux avec lesquels il est susceptible de créer une liaison adhésive. Différents supports ont donc été choisis et testés dans ce travail de thèse, se répartissant en deux catégories : les matériaux non poreux, comprenant la plaque de plâtre peinte (BA13) et l'acier provenant d'une taloche métallique ; les matériaux poreux, tels que le béton cellulaire (Siporex), la pierre de tuffeau, ainsi qu'un enduit d'accroche fabriqué et fourni par notre partenaire industriel VEGA Industries. La figure 51 illustre les différents matériaux utilisés comme supports d'application pour l'évaluation de l'adhérence à l'état frais des formules étudiées. Le choix de ces matériaux supports a été également appuyé par la finalité d'utilisation de l'enduit développé pour une utilisation par extérieur ou intérieur dans le cas d'une réhabilitation ou d'un bâtiment neuf.

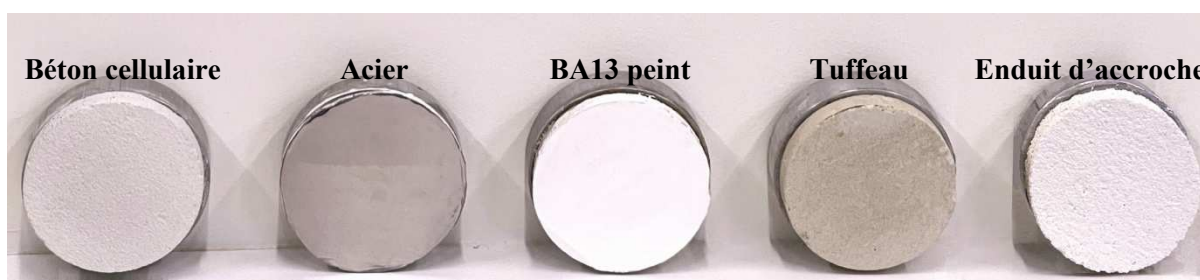


Figure 51 : Les supports utilisés pour le test d'adhérence à l'état frais : les matériaux non poreux, le BA13 peint et l'acier ; les matériaux poreux : le béton cellulaire (Siporex), la pierre de tuffeau et l'enduit d'accroche

L'adhérence de l'ensemble des formules étudiées a été évaluée sur deux supports de référence, les supports non poreux mentionnés ci-dessus. Par ailleurs, l'adhérence de la formule optimale et de la formule de référence sans additifs été évaluée sur ces supports mais également sur les supports poreux. En ce qui concerne les supports poreux, les experts dans le domaine des enduits et mortiers, notamment chez VEGA, recommandent d'humidifier le support avant l'application de l'enduit afin de favoriser et d'optimiser l'adhérence à l'état frais. Par conséquent, l'adhérence aux supports poreux a été mesurée dans deux états : sec et humidifié.

Les matériaux constituant les supports ont été découpés en échantillons de 8 cm de diamètre à l'aide d'une carotteuse à foret diamanté, puis en échantillons de 1,5 à 2 cm d'épaisseur, pour ensuite être collés sur les pastilles métalliques fabriquées pour l'essai. Concernant la préparation de l'enduit d'accroche, la demande en eau a été déterminée selon la table à chocs, qui est de 28 %. Ensuite, l'enduit

frais a été appliqué à l'aide d'une taloche métallique dans un moule de 1 m de longueur, 0,7 m de largeur et 2 cm d'épaisseur, divisé en deux parties. Les échantillons de 8 cm de diamètre ont été découpés après une semaine de séchage en ambiance de laboratoire ($T=20^{\circ}\text{C}$, $\text{HR}=50\%$).

La figure 52.a illustre l'enduit d'accroche dans le moule juste avant la découpe. L'adhérence de l'enduit sur la pierre de tuffeau et le siporex a été évaluée sur la face externe originale de ces matériaux, sans utiliser les sections internes exposées après la découpe à la carotteuse pour obtenir l'épaisseur souhaitée. Cela permet d'évaluer l'adhérence sur les parties qui sont destinées à servir de support, plutôt que sur les sections générées à cause de la découpe en laboratoire, car certaines caractéristiques telles que la capacité d'absorption et la rugosité peuvent différer entre ces deux types de surfaces. Pour l'humidification des supports, un récipient a d'abord été rempli d'un nombre suffisant de papiers absorbants, puis de l'eau a été ajoutée jusqu'à saturation des papiers. Les matériaux prédécoupés ont ensuite été positionnés par leur face destinée à être en contact avec l'enduit dans le récipient, en veillant à ce qu'ils ne soient pas submergés, permettant ainsi à l'eau d'être absorbée uniquement par capillarité, depuis la partie en contact avec l'eau vers le reste du matériau. Pour appliquer des conditions d'humidification équivalentes pour tous les supports, la période d'exposition à l'humidité a été maintenue jusqu'à approximativement atteindre la saturation du premier centimètre du support. L'épaisseur des supports poreux est comprise entre 1,5 et 2 cm.

Cette démarche permet de partiellement saturer les supports avec un taux du même ordre de grandeur, rendant ainsi leurs résultats d'adhérence comparables. Cela permet également de tester l'adhérence de l'enduit sur un support humidifié, dans des conditions proches de celles rencontrées sur un chantier. En effet, l'humidification du support sur le chantier ne permet généralement pas une saturation totale du matériau, mais humidifie seulement les premiers millimètres à centimètres exposés à l'eau. Le degré d'humidification dépend de la technique employée, souvent une éponge saturée d'eau, mais également de l'absorption d'eau du matériau servant de support. La figure 52.b présente la démarche suivie pour l'humidification des supports.



Figure 52 : (a) L'enduit d'accroche distribué par VEGA; (b) La démarche suivie pour l'humidification des supports. En pratique, les supports sont préalablement collés à la pastille métallique ; (c) Les échantillons de tuffeau et de siporex pour le test d'imbibition

Étant donné que les supports utilisés présentent différentes cinétiques d'absorption d'eau, des tests d'imbibition ont préalablement été conduits sur des échantillons cylindriques de pierre de tuffeau et de siporex, mesurant chacun 5 cm en diamètre et 4,6 cm en hauteur (voir figure 52.c). Ces essais ont été effectués pour évaluer de manière comparative la capacité d'absorption d'eau de chaque matériau afin de déterminer le temps nécessaire à la saturation de leur premier centimètre. Pour le test d'imbibition, la masse sèche des échantillons est mesurée, puis ils sont mis en contact avec l'eau en suivant la même démarche que pour l'humidification des supports. La mesure du temps écoulé est démarrée dès que l'eau entre en contact avec les échantillons, qui sont ensuite pesés à différents intervalles de temps pour déterminer la masse d'eau absorbée, jusqu'à ce que l'absorption d'eau soit complète (i.e. jusqu'à ce que la masse ne change plus). À chaque mesure de masse, la hauteur du front capillaire sur le matériau est aussi mesurée. Deux échantillons ont été testés pour chaque matériau. Les résultats d'absorption d'eau de la pierre de tuffeau et de siporex sont présentés dans le tableau 14.

Tableau 14 : L'absorption d'eau de la pierre de tuffeau et du béton cellulaire (siporex), obtenue à partir des tests d'imbibition

Temps	Tuffeau		Béton cellulaire (siporex)	
	Gain de masse [%]	Front capillaire [cm]	Gain de masse [%]	Front capillaire [cm]
1 min	3,88 ± 0,1	0,85 ± 0,01	5,87 ± 0,2	0,35 ± 0,01
2 min	5,30 ± 0,2	1,10 ± 0,02	7,00 ± 0,2	0,75 ± 0,01
3 min	6,55 ± 0,3	1,30 ± 0,02	7,95 ± 0,2	0,8 ± 0,00
5 min	8,01 ± 0,7	1,65 ± 0,01	8,90 ± 0,1	0,85 ± 0,01
8 min	10,03 ± 0,8	2,05 ± 0,01	9,85 ± 0,1	0,95 ± 0,01
12 min	12,62 ± 1,7	2,60 ± 0,00	13,84 ± 1,8	1,10 ± 0,00
15 min	14,13 ± 1,8	2,60 ± 0,08	14,41 ± 1,8	1,15 ± 0,01
20 min	16,06 ± 1,7	3,03 ± 0,03	15,35 ± 1,9	1,20 ± 0,02

25 min	$17,96 \pm 1,5$	$3,60 \pm 0,02$	$16,69 \pm 2,4$	$1,25 \pm 0,02$
30 min	$19,64 \pm 1,4$	$3,75 \pm 0,01$	$17,93 \pm 3,1$	$1,40 \pm 0,02$
35 min	$21,19 \pm 1,1$	$4,15 \pm 0,01$	$18,49 \pm 2,9$	$1,40 \pm 0,02$
40 min	$22,61 \pm 1,1$	$4,50 \pm 0,00$	$19,06 \pm 3,5$	$1,50 \pm 0,02$
50 min	$25,19 \pm 0,5$	$4,60 \pm 0,00$	$19,91 \pm 3,3$	$1,60 \pm 0,02$
1 h	$25,83 \pm 0,0$	$4,60 \pm 0,00$	$20,96 \pm 3,3$	$1,70 \pm 0,01$
1 h 15 min	$26,00 \pm 0,0$	$4,60 \pm 0,00$	$22,00 \pm 2,8$	$1,70 \pm 0,00$
1 h 30 min	$26,00 \pm 0,0$	$4,60 \pm 0,00$	$22,85 \pm 3,5$	$1,75 \pm 0,01$
3 h			$25,98 \pm 3,9$	$2,15 \pm 0,01$
9 h			$34,51 \pm 4,5$	$3,05 \pm 0,01$
19 h			$43,12 \pm 3,4$	$3,85 \pm 0,01$
24 h			$45,29 \pm 2,9$	$4,10 \pm 0,00$
28 h			$46,90 \pm 2,6$	$4,47 \pm 0,02$
32 h			$49,93 \pm 2,4$	$4,60 \pm 0,00$
40 h			$50,58 \pm 1,5$	$4,60 \pm 0,00$

D'après l'absorption d'eau des deux matériaux, il a été observé que la pierre de tuffeau et le siporex présentent des comportements significativement distincts lors du contact avec l'eau. L'échantillon de tuffeau manifeste une stabilisation de sa masse en seulement une heure. Cette absorption rapide de l'eau est due à la porosité élevée du tuffeau et à sa grande perméabilité aux fluides. L'échantillon de siporex, un type de béton cellulaire, nécessite environ 32 heures pour que la masse se stabilise, indiquant une perméabilité nettement inférieure par rapport au tuffeau. Pour le tuffeau, l'humidification du premier centimètre est obtenue en seulement deux minutes. Pour le siporex, une durée de dix minutes est nécessaire. Concernant l'enduit d'accroche, il a été exposé à une imbibition capillaire pendant une durée identique à celle du siporex, soit dix minutes. En fait, le test d'imbibition n'a pas pu être réalisé pour ce matériau en raison de sa très faible capacité d'absorption d'eau, la masse a très peu changée pendant la première heure de l'essai. Cela suggère que le comportement d'adhérence de l'enduit sur l'enduit d'accroche sec ne sera pas significativement affecté en raison de sa faible capillarité. Pour tous les supports étudiés, cinq échantillons ont été testés et les résultats présentés correspondent aux moyennes des mesures.

5.1.5. Les formules étudiées

Les onze formules présentées dans la partie matériaux et formulations de ce chapitre ont été examinées : SC ; REF ; +SP ; +CR ; +EA ; +AC ; OPT ; -SP ; -CR ; -EA ; -AC. Afin d'évaluer la sensibilité de l'adhérence de l'enduit aux variations de la demande en eau du mélange, une série supplémentaire de formules a été testée. Cette série comprenait huit formules, réalisées en augmentant ou en diminuant

la demande en eau par rapport à la formule optimale (OPT) et de référence sans additifs (REF). Pour chaque formule étudiée, cinq échantillons ont été testés et les résultats présentés correspondent aux moyennes des mesures. Le tableau 15 présente la composition des différentes formules étudiées ainsi que leurs désignations.

Tableau 15 : Composition des formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble de formules, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin. Le dosage des additifs et la demande en eau sont en fonction de la masse totale des composants secs

Formule	SP [%]	CR [%]	EA [%]	AC [%]	W [%]
SC	–	–	–	–	24
REF	–	–	–	–	48
+ SP	0,37	–	–	–	39
+ CR	–	0,22	–	–	48
+ EA	–	–	0,10	–	50
+ AC	–	–	–	0,10	56
OPT	0,37	0,22	0,10	0,10	48
- SP	–	0,22	0,10	0,10	56
- CR	0,37	–	0,10	0,10	48
- EA	0,37	0,22	–	0,10	48
- AC	0,37	0,22	0,10	–	39
REF 38	–	–	–	–	38
REF 43	–	–	–	–	43
REF 53	–	–	–	–	53
REF 57	–	–	–	–	57
OPT 38	0,37	0,22	0,10	0,10	38
OPT 43	0,37	0,22	0,10	0,10	43
OPT 53	0,37	0,22	0,10	0,10	53
OPT 57	0,37	0,22	0,10	0,10	57
SP : superplastifiant, CR : compensateur de retrait, EA : entraîneur d'air, AC : agent colloïdal					

5.2. Résultats

L'adhérence de l'enduit est décrite par les quatre paramètres définis précédemment : la contrainte d'adhérence maximale (σ_{max}), l'allongement relatif à la contrainte maximale ($\Delta L/L_{\sigma_{max}}$), l'allongement relatif au plateau ($\Delta L/L_{plateau}$) et le résidu (R). Dans un premier temps, les valeurs de ces quatre paramètres, obtenues à partir de tous les tests d'adhérence réalisés sur toutes les formules étudiées et sur les différents supports, seront présentées de manière globale. Cette vue d'ensemble permet de définir des seuils représentant des zones de transition dans le comportement d'adhérence à l'état frais. Ces seuils délimitent la frontière entre une bonne et une mauvaise adhérence, en se basant sur ces quatre paramètres. Cette première présentation globale est réalisée sans l'inclusion des barres d'erreur afin de garantir la clarté visuelle et en raison de contraintes graphiques. Ensuite, des sélections de formules seront étudiées séparément pour permettre une analyse plus détaillée des données, afin de comprendre et d'identifier l'effet de certains facteurs sur l'adhérence de l'enduit, tels que le type de granulat, les additifs utilisés, la quantité d'eau, le type de support et son humidification.

5.2.1. Définition des seuils

Les figures 53 à 56 présentent les valeurs des quatre paramètres d'adhérence obtenus pour l'ensemble des formules et des supports. Ces figures intègrent également les seuils qui définissent les zones de transition entre une bonne et une mauvaise adhérence pour chaque paramètre étudié. Cette détermination entre « bon et mauvais » se fait de manière qualitative selon l'observation et l'appréciation de l'applicateur expérimenté. Ensuite, l'identification et la définition de ces seuils permettent l'évaluation de la performance d'adhérence à l'état frais des différents matériaux et établissent les critères quantitatifs qui sont proposés pour être utilisés afin de déterminer la bonne adhérence d'un enduit de finition à l'état frais.

En se basant sur le paramètre de la contrainte d'adhérence maximale (σ_{max}), le seuil séparant une adhérence faible d'une adhérence suffisante est fixé à 1,3 kPa, car les essais présentant des valeurs de contrainte inférieures à ce seuil présentent une faible adhérence au support, due à divers facteurs : un apport d'eau insuffisant, rendant l'enduit trop sec, fragile et donc peu adhérent ; un apport en eau excessif, qui le rend trop liquide ; et un support très poreux, absorbant l'eau de la surface de l'enduit en contact, ce qui affaiblit la liaison adhésive à l'interface support-enduit. Les deux paramètres d'allongement relatif, observés respectivement à la contrainte maximale et à l'atteinte du plateau, ont une interprétation interdépendante qui fournit une indication directe pour déterminer la bonne adhérence. Un enduit présentant une adhérence optimale devrait avoir un allongement relatif ni trop faible à la contrainte maximale, ni trop élevé au plateau. En effet, un allongement relatif très faible à la contrainte maximale indique une faible adhérence à l'état frais, dû soit à un matériau peu collant, sec et fragile à cause d'un apport d'eau insuffisant, soit à une forte porosité du support.

À l'opposé, un allongement relatif très élevé au plateau indique un matériau trop collant, ce qui rend l'application très difficile, voire dans certains cas impossible, dû au fait que le matériau colle fortement de manière indésirable à toutes les interfaces de contact, y compris à l'outil d'application. Ainsi, le seuil de l'allongement relatif à σ_{max} ($\Delta L/L_{\sigma_{max}}$) est fixé à 7 %. Les tests avec des valeurs inférieures à ce seuil présentent une très faible adhérence, due soit à un matériau sec et peu collant, soit à un support très poreux. Concernant l'allongement relatif au plateau ($\Delta L/L_{plateau}$), le seuil est fixé à 35 %. Les tests dépassant ce seuil indiquent un matériau trop collant rendant l'application impraticable.

Finalement, le résidu constitue un critère particulièrement pertinent pour déterminer l'adhérence à l'état frais adéquate. En effet, pour qu'un enduit soit considéré comme ayant une bonne adhérence, il doit laisser sur le support un résidu suffisamment faible, mais pas nul pour autant. Un résidu trop faible, voire proche de zéro, signale une adhérence insuffisante, due à un matériau peu collant et fragile. À l'inverse, un résidu important indique un matériau excessivement collant. Ainsi, les seuils délimitant la bonne adhérence selon le résidu sont fixés entre 0,2 % et 1 %. Un enduit avec une bonne adhérence à l'état frais laisse une quantité de résidu sur l'acier inférieure à celle observée sur les autres supports, facilitant ainsi l'application.

Il est observé que l'allongement relatif de l'enduit est directement lié à la quantité de résidu. Un $\Delta L/L_{\sigma_{max}}$ inférieur à 7 % indique un résidu très faible, inférieur à 0,2 %. En outre, un ($\Delta L/L_{plateau}$) supérieur à 35 % indique un résidu très important, supérieur à 1 %. Pour résumer, un matériau avec une bonne adhérence doit présenter non seulement une bonne cohésion entre les différents constituants de l'enduit, mais également une adhérence suffisante sur les surfaces à couvrir. Cela permettra à l'enduit de se détacher de l'outil et d'adhérer au support lors de l'application. Un matériau dont l'adhérence est significativement supérieure à sa cohésion laissera un résidu très important, rendant l'application impraticable sur le chantier. En se basant sur les seuils des différents paramètres d'adhérence qui délimitent les zones de transition entre une bonne et une mauvaise adhérence, deux critères définissant le bon comportement d'adhérence sont établis en utilisant soit un seul paramètre, soit plusieurs. Ces critères sont présentés dans le tableau 16.

Tableau 16 : Les critères définissant la bonne adhérence à l'état frais d'un enduit de finition

Critère 1	$0,2 \% \leq R \leq 1 \%$
Critère 2	$\Delta L/L_{\sigma_{max}} \geq 7 \% \text{ et } \Delta L/L_{plateau} \leq 35 \%$

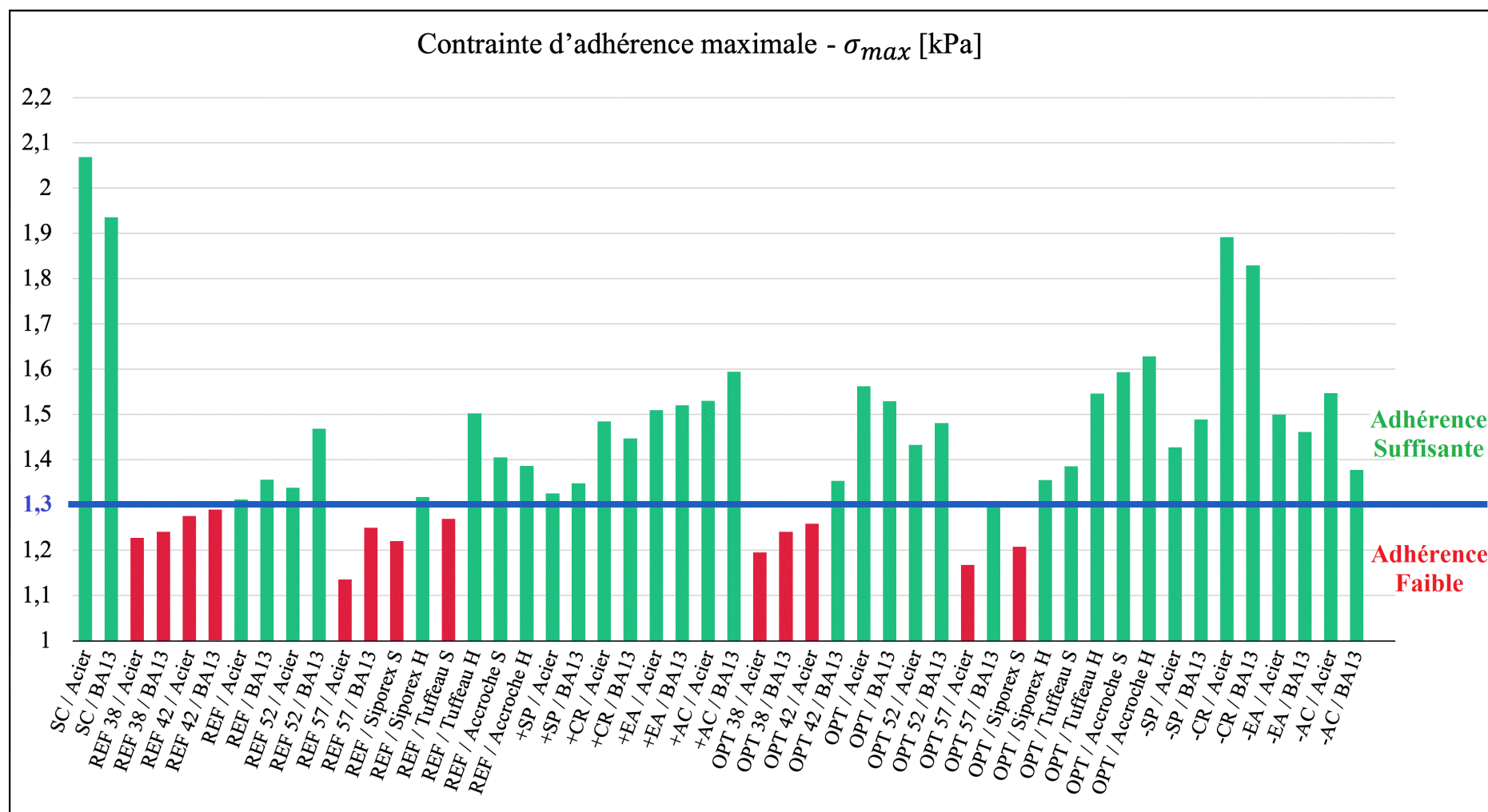


Figure 53 : Contrainte d'adhérence maximale (σ_{max}) pour toutes les formules et tous les supports étudiés

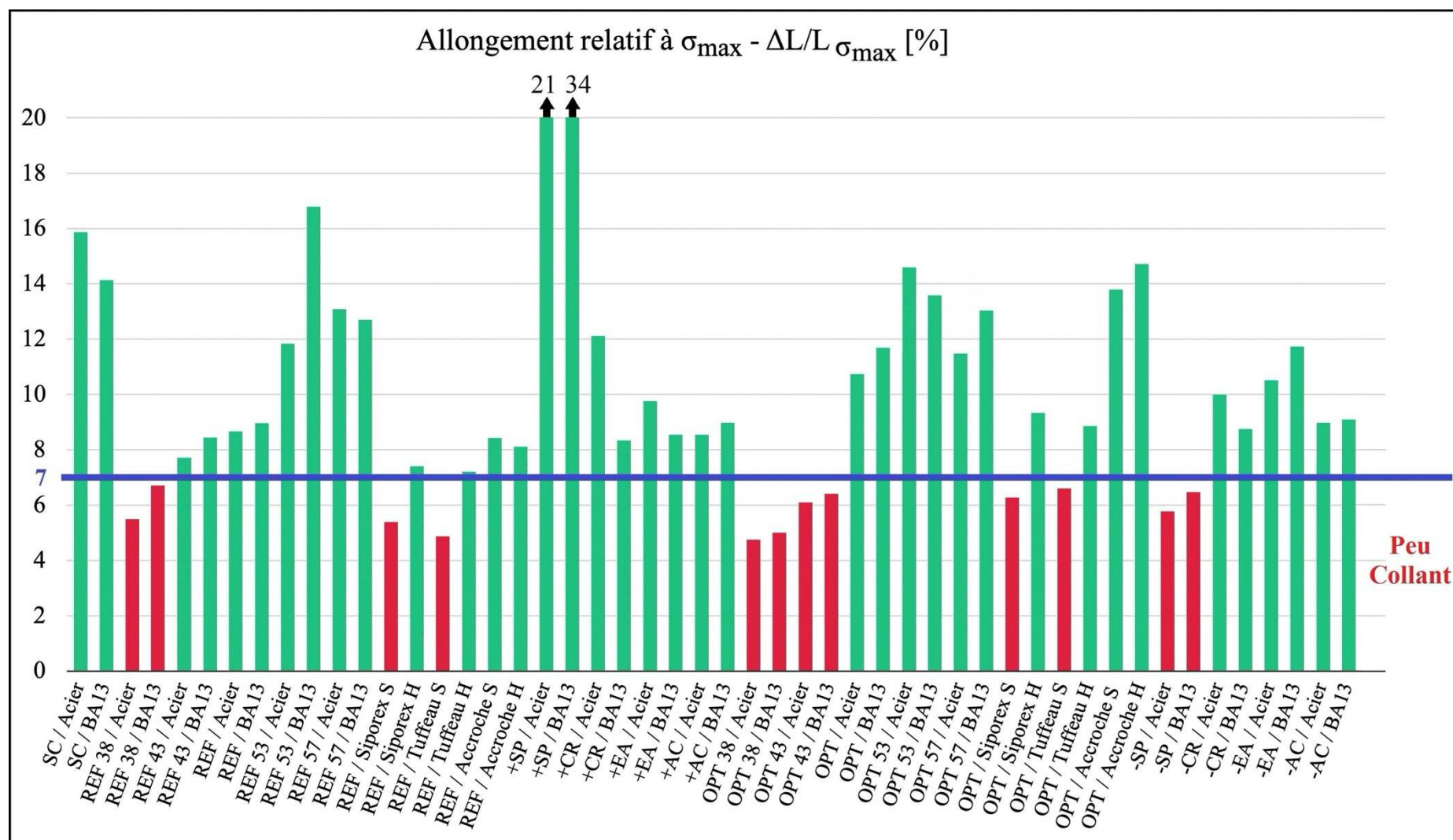


Figure 54 : Allongement relatif à la contrainte d'adhérence maximale ($\Delta L/L \sigma_{\max}$) pour toutes les formules et tous les supports étudiés

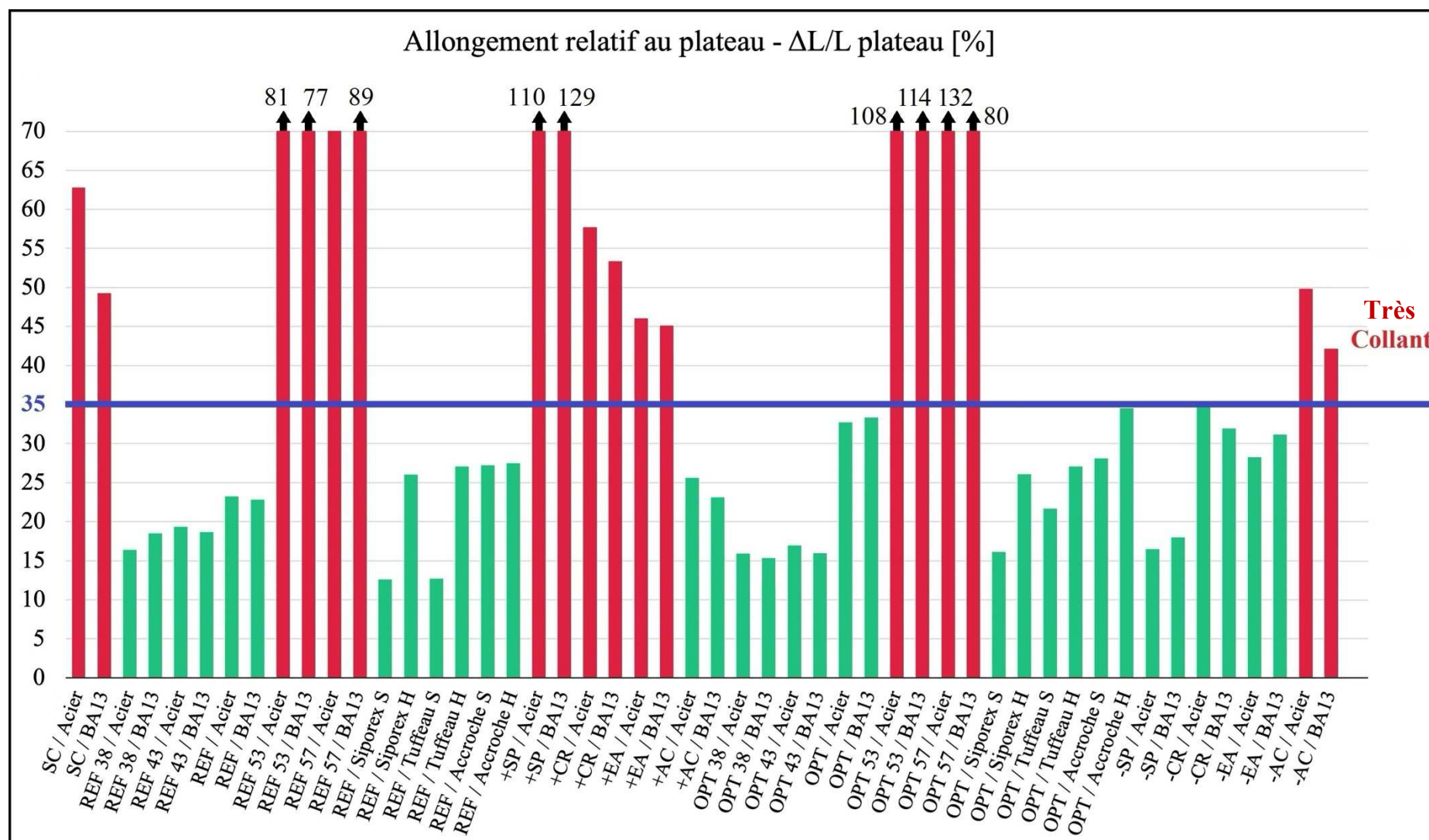


Figure 55 : Allongement relatif au moment du plateau ($\Delta L/L_{\text{plateau}}$) pour toutes les formules et tous les supports étudiés

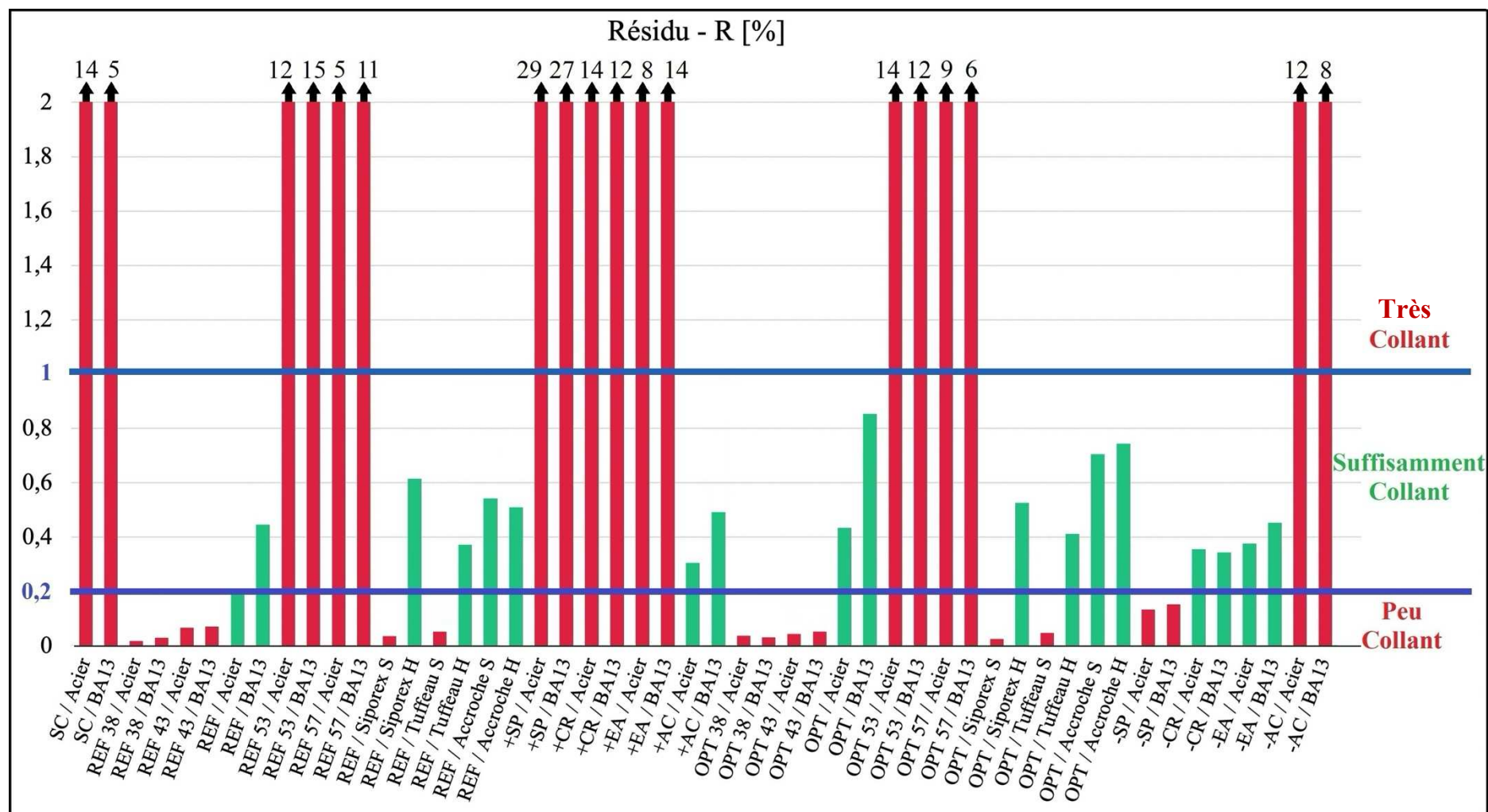


Figure 56 : Résidu (R) pour toutes les formules et tous les supports étudiés

5.2.2. Effet du type de granulat

Le granulat utilisé dans la composition de l'enduit influence le comportement d'adhérence à l'état frais du matériau. Pour la formule REF, le granulat utilisé est la poudre de tuffeau, tandis que pour la formule SC, il s'agit de sable calcaire fin. Ces deux formules diffèrent significativement en raison du type de granulats, qui présentent des variations en termes de taille de particules, de composition minéralogique et de porosité. La demande en eau optimale, selon le test de la table à chocs, est de 48 % pour la formule REF et de 24 % pour la formule SC. La figure 57 présente les résultats des quatre paramètres d'adhérence pour les formules REF et SC.

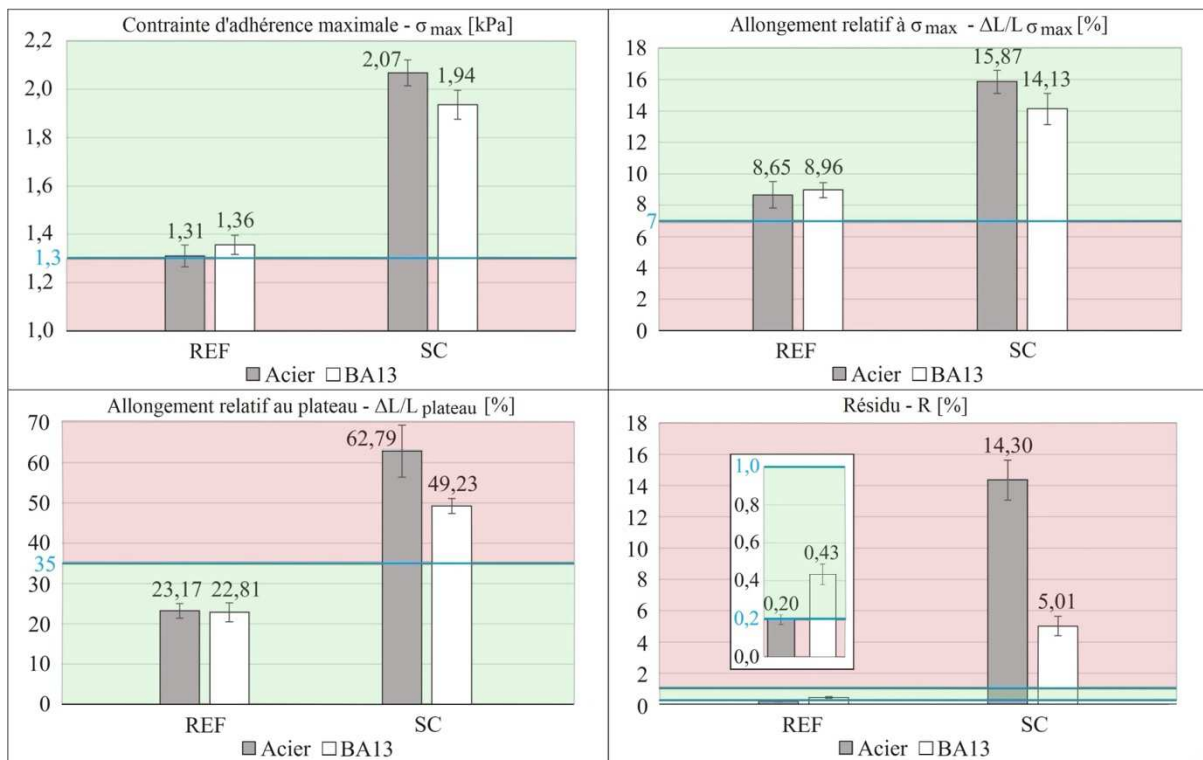


Figure 57 : Les quatre paramètres d'adhérence pour les formules REF (15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau) et SC (15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin)

L'analyse des résultats relatifs aux quatre paramètres d'adhérence indique que la formule REF présente une bonne adhérence à l'état frais, vérifiant les paramètres suivants : une contrainte d'adhérence maximale suffisante ; un allongement relatif qui n'est ni très faible à σ_{max} , ni très élevé au plateau ; et un résidu suffisant, mais qui reste faible pour ne pas compromettre l'application. Cependant, même si REF assure une bonne adhérence à l'état frais, cette formule ne peut pas être considérée comme satisfaisante car elle subit à l'état durci un très grand retrait de dessiccation générant une fissuration importante.

La formule SC présente une mauvaise adhérence selon les paramètres d'adhérence étudiés, car elle ne vérifie que partiellement les critères. Seule la contrainte d'adhérence maximale et l'allongement relatif à σ_{max} sont satisfaisants. L'enduit formulé avec du sable calcaire fin présente une contrainte d'adhérence maximale supérieure à celle de l'enduit formulé avec de la poudre de tuffeau. Les valeurs sont de 2,07 kPa sur l'acier et de 1,94 kPa sur la plaque de plâtre peinte (BA13 peint) pour la formule SC, contre 1,31 kPa sur l'acier et 1,36 kPa sur la plaque de plâtre peinte pour la formule REF. Cette différence est principalement due à la taille des particules contenues dans chacun des deux granulats. Bien que la poudre de tuffeau contienne davantage de particules fines par rapport au sable calcaire fin, elle comprend aussi une quantité significativement plus élevée de grosses particules : dix fois plus de particules dont la taille dépasse 1,25 mm, cinq fois plus de particules de plus de 0,8 mm, et trois fois plus de particules de plus de 0,63 mm (voir la [courbe granulométrique des deux granulats à la section 3.1.2.3 du premier chapitre](#)). Ces particules plus grosses sont à l'origine des irrégularités à l'interface enduit-support, ce qui crée des défauts au niveau du ménisque capillaire sur le support.

Ces défauts peuvent provoquer la rupture à l'interface et réduire la liaison d'adhérence, diminuant ainsi la contrainte d'adhérence maximale. Cependant, la formule SC ne répond pas aux deux autres paramètres d'adhérence, présentant un allongement relatif très élevé lors du plateau de 63 % sur l'acier et de 49 % sur le BA13 peint, ainsi qu'un résidu significatif de 14,3 % sur l'acier et de 5 % sur le BA13 peint. Ces résultats indiquent que la formule SC est fortement collante avec beaucoup plus d'adhésion que de cohésion, ce qui rend son application impraticable. Le résidu associé à un échantillon représentatif pour chacune de ces deux formules est présenté à la figure 58. Pour utiliser le sable calcaire fin dans la fabrication d'un enduit fonctionnel, il est impératif d'améliorer la formulation en utilisant des additifs, tels que les agents colloïdaux, qui permettent de renforcer la résistance du matériau à la coalescence, augmentant ainsi sa cohésion [71, 72]. Ceci réduit l'adhésion excessive et résout le problème lié à la consistance collante du matériau.

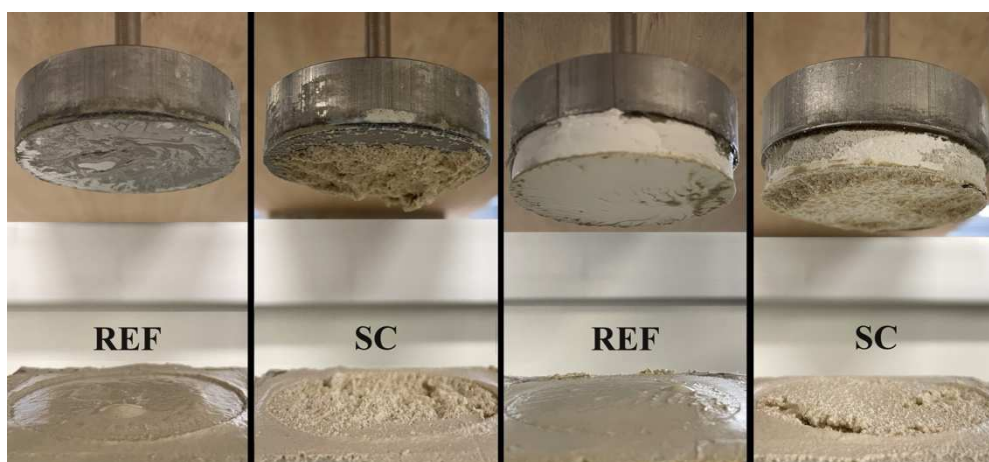


Figure 58 : Résidu obtenu sur les supports en acier et en plaque de plâtre BA13 peint pour un échantillon représentatif des formules REF et SC

5.2.3. Effet des additifs

L'amélioration de la formule de référence initiale (REF) par l'ajout des additifs afin d'obtenir la formule optimale (OPT) modifie l'adhérence de l'enduit à l'état frais, ce qui influence l'application. Afin de quantifier ce changement dans le comportement d'adhérence, une analyse comparative des résultats des quatre paramètres étudiés pour ces deux formules est effectuée. La figure 59 présente les paramètres d'adhérence pour les deux formules. Les résidus associés à un échantillon représentatif de chacune de ces deux formules sur les supports en acier et en BA13 peint sont présentés dans la figure 60.

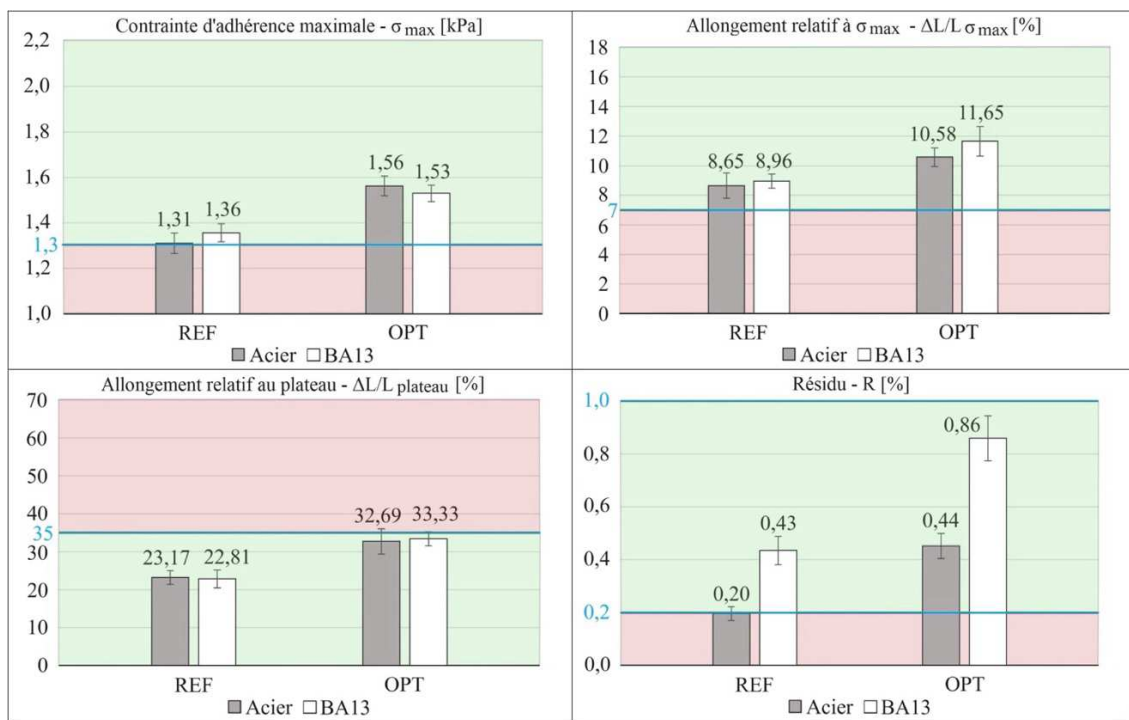


Figure 59 : Les quatre paramètres d'adhérence pour les formules REF (15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau) et OPT (15 % de chaux, 85 % de poudre de tuffeau, 0,37 % SP, 0,22 % CR, 0,10 % EA et 0,10 % AC)

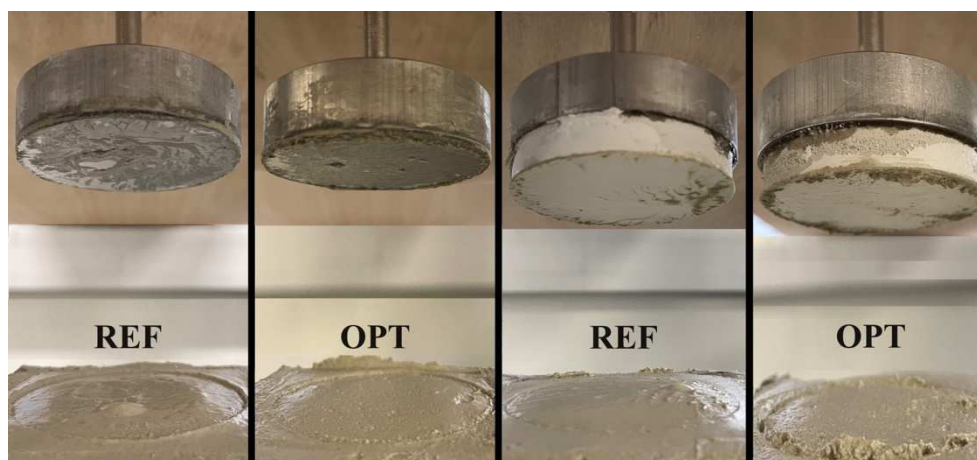


Figure 60 : Résidu obtenu sur les supports en acier et en BA13 peint pour un échantillon représentatif des formules REF et OPT

L'analyse de ces paramètres a révélé que la formule OPT présente une adhérence nettement supérieure à celle de la formule de REF, caractérisée par une contrainte d'adhérence maximale plus élevée, passant de 1,31 kPa à 1,56 kPa sur l'acier et de 1,36 kPa à 1,53 kPa sur le BA13 peint. De plus, comparativement à la formule de référence sans additifs, la formule optimale entraîne une amélioration de l'adhérence et de la consistance de l'enduit, rendant le matériau plus adhérent et collant tout en respectant les critères. Cela est observé par une augmentation de l'allongement relatif à σ_{max} , qui passe d'environ 9 % à 11 % sur les deux supports de référence. De même, l'allongement au plateau augmente de 23 % à environ 33 % sur ces supports. Parallèlement, une augmentation du résidu est observée, passant de 0,20 % à 0,44 % sur l'acier et de 0,43 % à 0,86 % sur le BA13 peint.

Même si la formule OPT présente une meilleure adhérence, les deux formules répondent aux critères des quatre paramètres d'adhérence et présentent donc une bonne adhérence à l'état frais, permettant à l'enduit de rester collé sur des surfaces verticales et facilitant l'application de l'enduit. Ainsi, du point de vue de la consistance à l'état frais, les deux formules peuvent être considérées comme satisfaisantes. Cependant, bien que la formule REF réponde aux critères des paramètres d'adhérence, elle présente une adhérence relativement faible, car ces valeurs d'allongement relatif à σ_{max} et de résidu sont trop proches des seuils définis comme acceptables pour ces paramètres.

5.2.3.1. Effet de chaque additif seul à la formule de référence

Afin de distinguer et de quantifier l'effet de l'ajout de chacun des additifs sur l'adhérence de l'enduit de référence à l'état frais, une série de cinq formules a été testées. Cette série comprend la formule de référence (REF) contenant aucun additif et quatre formules, chacune élaborée en ajoutant un seul additif à REF. Cette démarche a permis de caractériser l'impact de chaque composant additionnel sur les performances d'adhérence du matériau. Les paramètres d'adhérence relatifs à ces cinq formules sont présentés dans la figure 61. Les résidus correspondant à un échantillon représentatif de chacune de ces formules sur les supports en acier et en BA13 peint sont présentés aux figures 62 et 63.

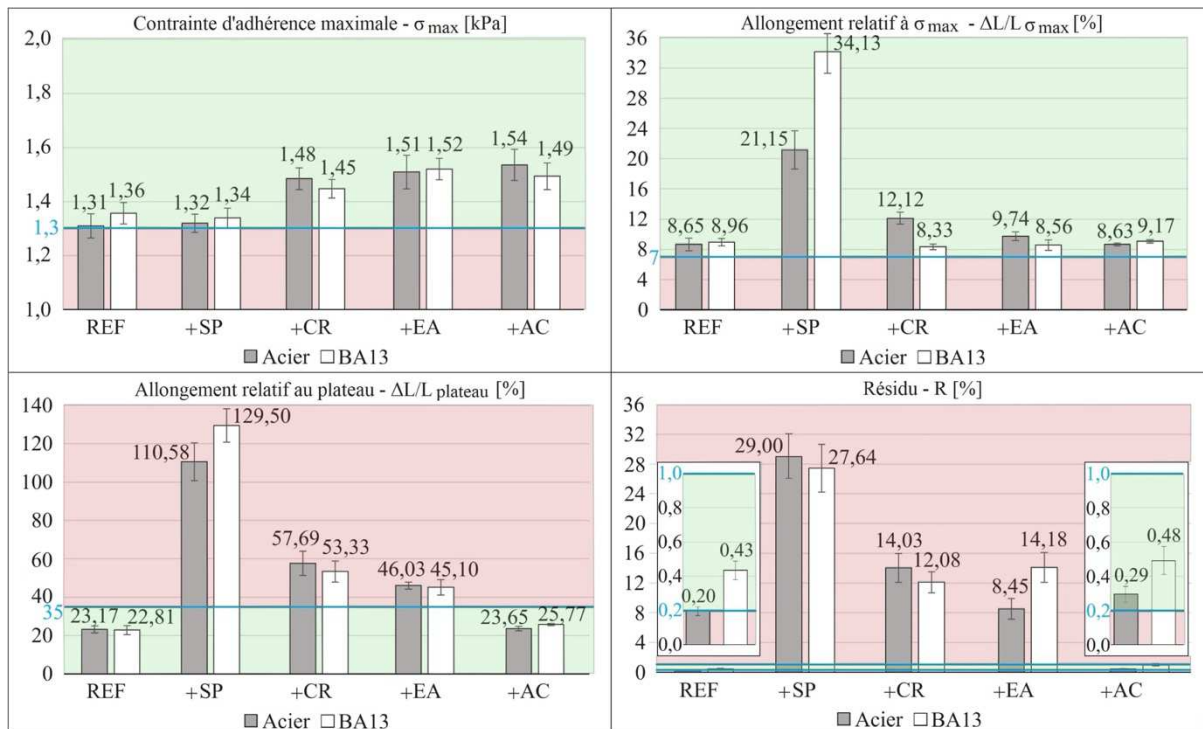


Figure 61 : Les quatre paramètres d'adhérence des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC

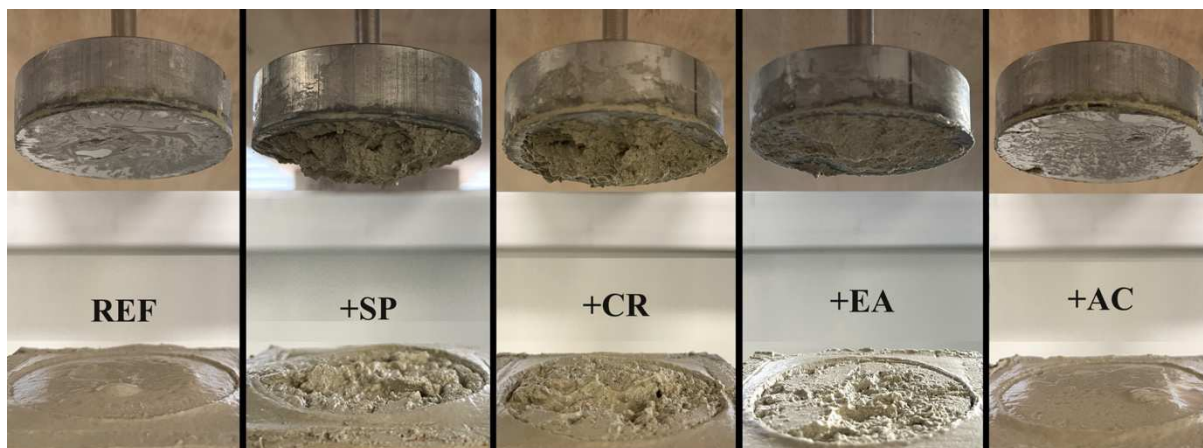


Figure 62 : Résidu obtenu sur le support en acier pour un échantillon représentatif des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC

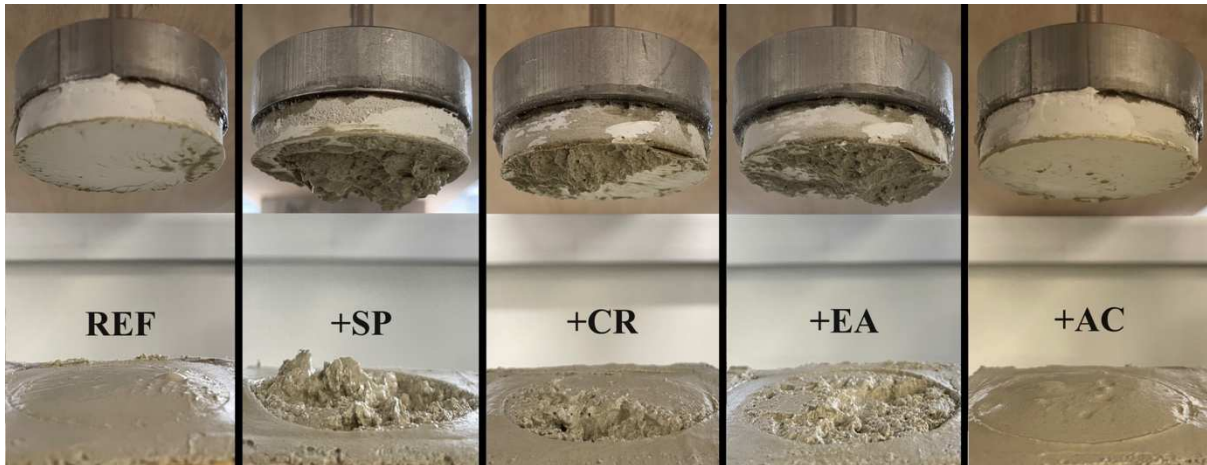


Figure 63 : Résidu obtenu sur le support en BA13 peint pour un échantillon représentatif des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC

L'ajout de superplastifiant (SP) à la formule REF réduit la demande en eau nécessaire pour obtenir le diamètre d'étalement de référence avec la table à chocs, passant de 48 % à 39 %. Malgré une demande en eau réduite par rapport à REF, la formule +SP présente une contrainte d'adhérence maximale similaire d'environ 1,3 kPa. Avec l'ajout de cet additif, l'allongement relatif à la contrainte maximale s'accroît, passant d'environ 9 % pour REF sur les deux supports de référence à 21 % sur l'acier et à 34 % sur le BA13 peint. De même, l'allongement relatif au plateau augmente, passant d'environ 23 % pour la formule REF sur les supports de référence à 110 % sur l'acier et à 129 % sur le BA13 peint. La formule +SP génère une consistance extrêmement collante et ne respecte pas le paramètre d'allongement relatif au plateau, avec des valeurs largement supérieures au seuil fixé à 35 %. En conséquence, l'ajout de SP à la formule REF laisse le résidu le plus élevé parmi tous les tests effectués, atteignant 29 % sur l'acier et 27 % sur le BA13 peint. L'ajout de SP modifie les propriétés physiques du matériau. Tout d'abord, il augmente la cohésion entre les particules, renforçant ainsi l'intégrité structurelle du matériau. Parallèlement, l'effet du SP est encore plus prononcé sur l'adhérence du matériau au support. Cette augmentation disproportionnée de l'adhérence par rapport à la cohésion conduit à fortement dégrader l'applicabilité du matériau. En effet, la consistance très collante induit une rupture cohésive, avec un résidu important. La génération d'une consistance excessivement collante, consécutive à l'ajout de SP, a été qualitativement constatée durant la phase d'optimisation de la formulation, raison pour laquelle l'agent colloïdal a été ajouté à la formule.

L'ajout du compensateur de retrait (CR) et de l'entraîneur d'air (EA) à la formule REF entraîne peu d'effets sur la maniabilité, comme cela a été vu via l'absence de changement significatif sur la demande en eau optimale selon la table à chocs. Les résultats indiquent que les formules +CR et +EA ont un comportement d'adhérence similaire selon les quatre paramètres étudiés. La contrainte d'adhérence maximale dépasse la valeur de REF, atteignant environ 1,5 kPa. L'ajout de ces deux additifs rend la consistance de l'enduit un peu plus collante, ce qui entraîne une augmentation de l'allongement relatif,

tant à σ_{max} qu'au plateau. L'enduit respecte toujours le paramètre d'allongement à σ_{max} , en étant suffisamment collant. Cependant, l'enduit devient trop collant, ce qui se traduit par des valeurs d'allongement relatif au plateau de 58 % sur l'acier et 53 % sur le BA13 peint pour la formule +CR, et de 46 % sur l'acier et 45 % sur le BA13 peint pour la formule +EA, dépassant ainsi le seuil et ne respectant pas ce paramètre. Comme ces deux formules ne respectent pas ce dernier, leurs résidus dépassent le seuil fixé à 1 %, atteignant des valeurs de 14 % sur l'acier et 12 % sur le BA13 peint pour la formule +CR, et de 8 % sur l'acier et 14 % sur le BA13 peint pour la formule +EA. En effet, l'ajout de ces deux additifs entraîne une baisse de la densité apparente, passant de 1,6 g/cm³ à 1,5 g/cm³ pour la formule +CR et à 1,22 g/cm³ pour la formule +EA. Cette diminution de densité entraîne une réduction de la cohésion interne du matériau, ce qui a pour conséquence une augmentation du résidu.

L'ajout de l'agent colloïdal (AC) dans la formule REF augmente considérablement la demande en eau optimale selon la table à chocs, passant de 48 % à 55 % et entraîne une légère amélioration de l'adhérence de l'enduit. En effet, l'enduit colle suffisamment et adhère au support, mais présente des valeurs des paramètres d'adhérence proches des limites inférieures des seuils définis, à l'exception de la contrainte d'adhérence maximale qui augmente pour atteindre environ 1,5 kPa. La formule +AC présente un allongement relatif à σ_{max} assez faible sur les supports de référence, comparable à celui observé avec la formule de référence, d'environ 9 %. En même temps, l'enduit présente une légère amélioration de ses propriétés adhésives et plastiques, caractérisée par un allongement relatif au plateau supérieur à celui de la formule de référence, passant d'environ 23 % sur les deux supports de référence à environ 25 %. En conséquence, l'ajout de l'agent colloïdal (AC) dans la formule de référence génère un résidu très proche de celui de la formule initiale, proche de la limite inférieure de résidu définie à 0,2 %. Notamment, le résidu observé sur le BA13 peint atteint 0,48 %, ce qui est supérieur à celui obtenu sur l'acier, qui est de 0,29 %. Cela favorise l'adhérence de l'enduit au support plutôt qu'à l'outil d'application, facilitant ainsi l'opération d'application. L'adhérence suffisante mais assez faible de cette formule peut être attribuée à la forte demande en eau nécessaire pour obtenir le diamètre d'étalement de référence avec la table à chocs, qui est supérieure de 15 % à celle de la formule de référence.

5.2.3.2. Exclusion d'un additif de la formule optimale

L'enduit optimisé contenant l'ensemble des additifs, présente une bonne adhérence selon les critères établis, comme mentionné précédemment. Pour examiner et quantifier l'effet de l'élimination d'un additif sur l'adhérence à l'état frais de l'enduit optimal, dans le but d'identifier l'additif ayant l'effet le plus dominant sur l'adhérence, et pour déterminer si l'absence des autres additifs ne compromet pas l'efficacité de l'agent colloïdal (AC) dans l'optimisation de l'adhérence, une série de cinq formulations a été testée. Cette série comprend la formule optimale (OPT) et quatre autres formules, chacune élaborée

en retirant un seul additif à OPT. Les paramètres d'adhérence associés à ces cinq formules sont présentés dans la figure 64. Les résidus correspondant à un échantillon représentatif de chacune de ces formules sur les supports en acier et en BA13 peint sont présentés aux figures 65 et 66.

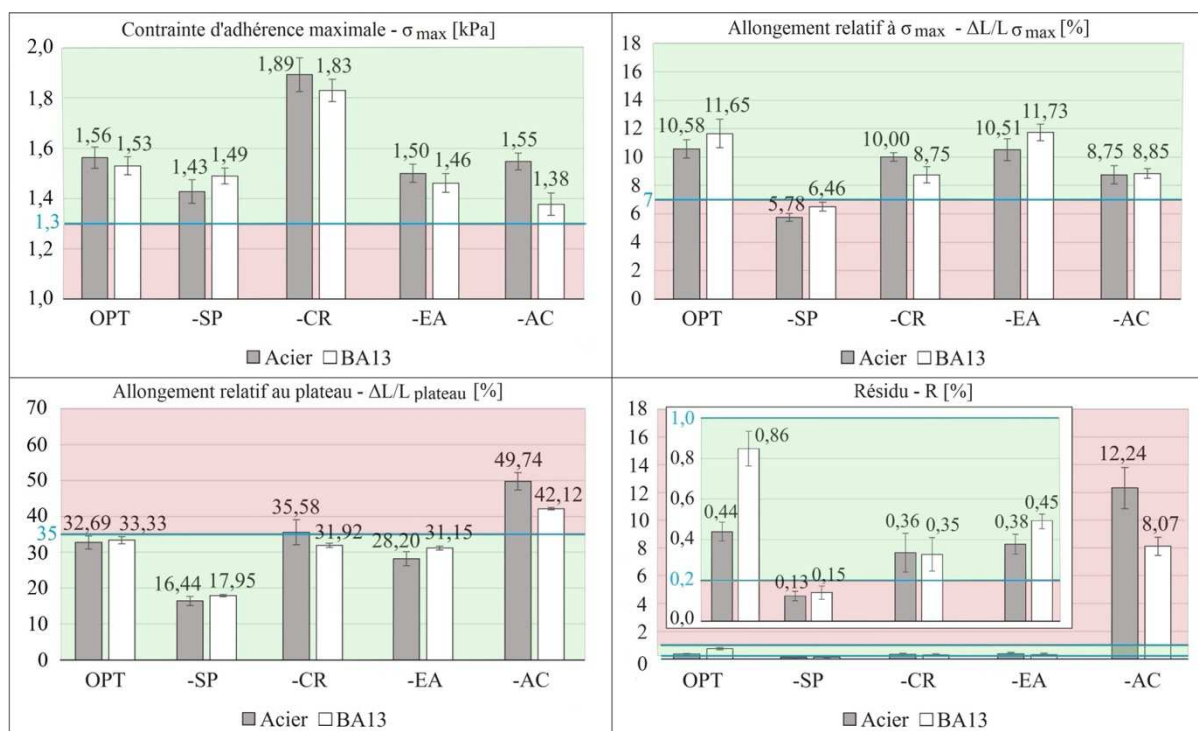


Figure 64 : Les quatre paramètres d'adhérence des formules OPT, -SP, -CR, -EA, -AC

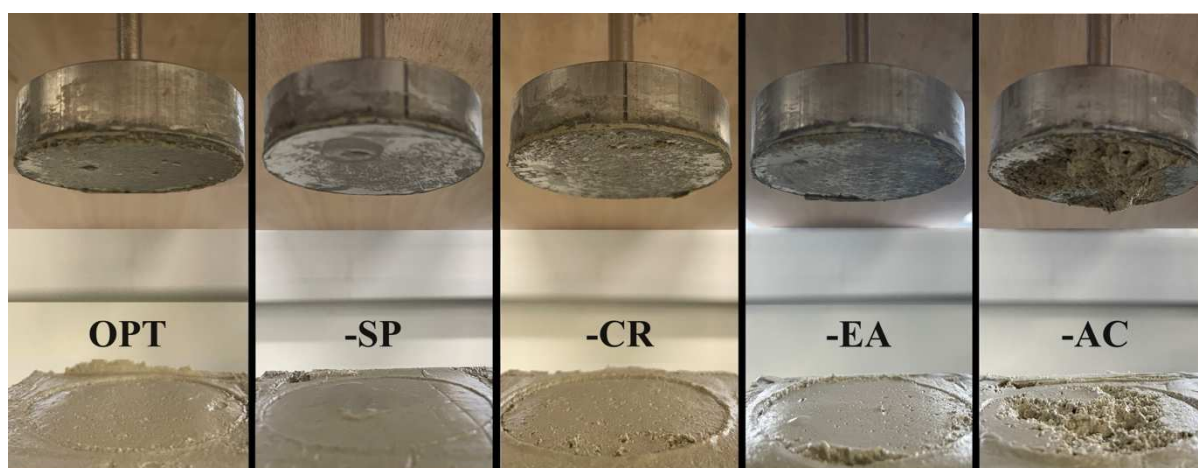


Figure 65 : Résidu obtenu sur le support en acier pour un échantillon représentatif des formules OPT, -SP, -CR, -EA, -AC

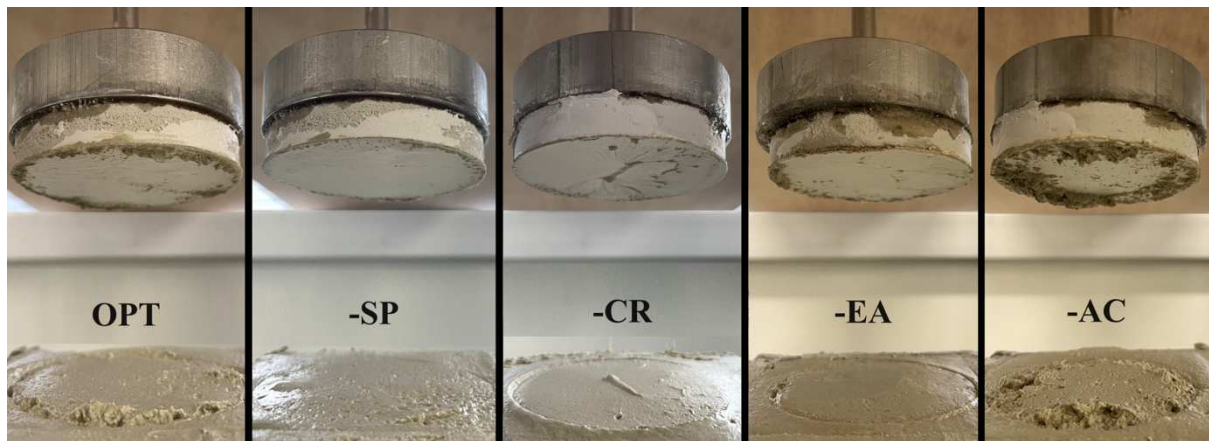


Figure 66 : Résidu obtenu sur le support en BA13 peint pour un échantillon représentatif des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC

L'exclusion du superplastifiant (SP) de la formule optimale (OPT) entraîne une augmentation de la demande en eau optimale obtenue avec la table à chocs, passant de 48 % à 56 %. Cependant, même avec cette augmentation de la demande en eau, la formule -SP est peu plastique et fragile, présentant un manque d'adhésion. Cette observation se manifeste par une diminution significative de l'allongement relatif à σ_{max} , qui diminue de près de 11 % sur les deux supports de référence à 5,8 % et 6,5 % sur l'acier et sur le BA13 peint respectivement, ainsi qu'au plateau, passant de 33 % pour les deux supports à 16,5 % sur l'acier et 18 % sur le BA13 peint. En conséquence, le résidu de cette formule est particulièrement faible, se situant aux alentours de 0,14 %, en dessous du seuil inférieur de ce paramètre d'adhérence défini à 0,20 %. Donc, la formule -SP présente une adhérence insuffisante, car elle ne respecte pas les critères relatifs à l'allongement relatif à σ_{max} et au résidu. Cependant, les valeurs obtenues pour ces deux paramètres restent proches des seuils établis, surtout sur le support en BA13.

L'élimination du compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) de la formule optimale n'entraîne presque pas d'effet sur la demande en eau optimale, qui reste située autour de 48 %. Les résultats relatifs aux quatre paramètres d'adhérence pour les formules -CR et -EA indiquent que l'élimination individuel de ces deux additifs de la formule optimale a peu d'effet sur l'adhérence de l'enduit à l'état frais. Les deux formules respectent toujours les seuils établis pour les différents paramètres qui définissent une bonne adhérence.

Cette observation concernant le CR et le EA est conforme aux attentes, étant donné que l'effet du CR se manifeste progressivement avec le temps sur le retrait à l'état durci, tandis que l'effet du EA est plus marqué sur la maniabilité à l'état frais. Cependant, il a été observé que la contrainte d'adhérence maximale de la formule -CR augmente significativement, passant d'environ 1,55 kPa sur les deux supports de référence à environ 1,85 kPa. Cette augmentation est attribuée à l'amélioration de l'interaction entre le superplastifiant (SP) et l'agent colloïdal (AC).

Cette interaction se traduit par une plus grande force d'adhérence. L'exclusion de l'agent colloïdal de la formule optimale induit une détérioration de l'adhérence à l'état frais, manifestée par une augmentation significative de l'allongement relatif au plateau, qui s'accroît de 33 % pour les deux supports de référence à 50 % sur l'acier et 42 % sur le BA13 peint. En conséquence, le résidu de la formule -AC dépasse le seuil établi à 1 %, atteignant des valeurs de 12 % sur l'acier et de 8 % sur le BA13 peint. Cette formule ne respecte pas les deux critères définis et présente donc une mauvaise adhérence, caractérisée par un résidu significatif qui est plus important sur l'acier que sur le BA13 peint, qui rend l'application de l'enduit impraticable. En effet, l'élimination de l'agent colloïdal (AC) de la formule OPT révèle l'action du seul superplastifiant (SP), se manifestant par une consistance nettement plus collante et une adhérence accrue, entraînant ainsi l'arrachement du matériau et la formation d'un résidu important.

Les résultats relatifs aux quatre paramètres d'adhérence indiquent clairement que l'ajout de l'agent colloïdal (AC) dans la composition de l'enduit exerce un effet prépondérant sur l'adhérence, surpassant celui des autres additifs sur cette propriété. L'agent colloïdal (AC) favorise la capacité de l'enduit frais à maintenir ses constituants en suspension et renforce sa résistance à la coalescence [71, 72], augmentant ainsi sa cohésion et facilitant la manipulation du matériau. Cet additif est donc indispensable pour optimiser l'adhérence initiale de l'enduit aux supports.

5.2.4. Effet de la demande en eau

La quantité d'eau dans le mélange de l'enduit influence sa consistance et son adhérence. Il est nécessaire de déterminer l'effet de la demande en eau sur l'adhérence afin de pouvoir tester la robustesse du produit et préciser les précautions à prendre lors de l'ajout de l'eau au mélange sec de l'enduit sur le chantier. L'effet de la demande en eau sur l'adhérence a été étudié pour les formules REF et OPT.

Cette approche permet d'évaluer si l'intégration des additifs modifie la stabilité de l'adhérence de l'enduit face aux variations de la quantité d'eau. Pour étudier et quantifier l'effet de la demande en eau sur l'adhérence à l'état frais, deux séries de cinq formules ont été testées. La première série comprend la formule optimale (OPT), élaborée avec la demande en eau optimale selon la table à chocs, ainsi que deux formules élaborées en augmentant cette demande en eau et deux formules élaborées en la diminuant. La deuxième série suit la même démarche mais avec la formule de référence sans additifs (REF). Les paramètres d'adhérence associés à la formule OPT, selon les différentes demandes en eau étudiées, sont présentés dans la figure 67, tandis que ceux de la formule REF sont présentés dans la figure 68. Les photographies montrant les résidus correspondant à un échantillon représentatif de chaque demande en eau pour la formule OPT, sur les supports en acier et en BA13 peint, sont présentés

dans les figures 69 et 70. Les photographies concernant la formule REF ne sont pas présentées car elles sont totalement similaires par rapport à celles de l'essai concernant la formule OPT.

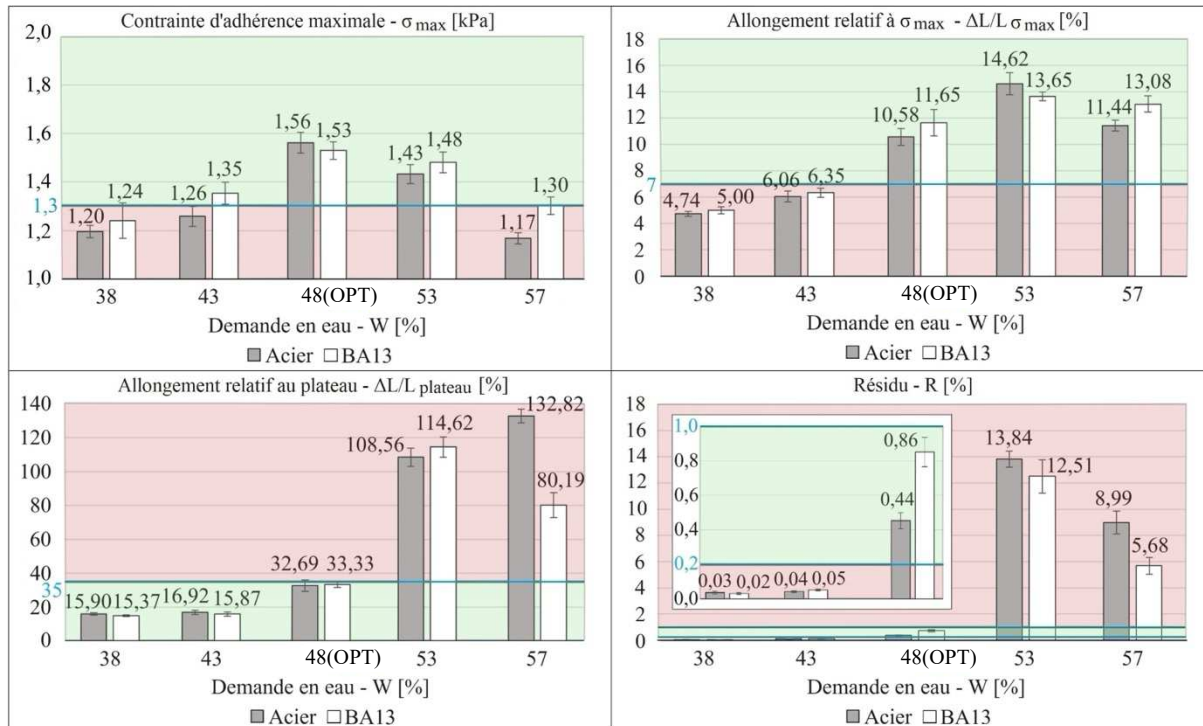


Figure 67 : Les quatre paramètres d'adhérence de la formule OPT en fonction de différentes demandes en eau étudiées

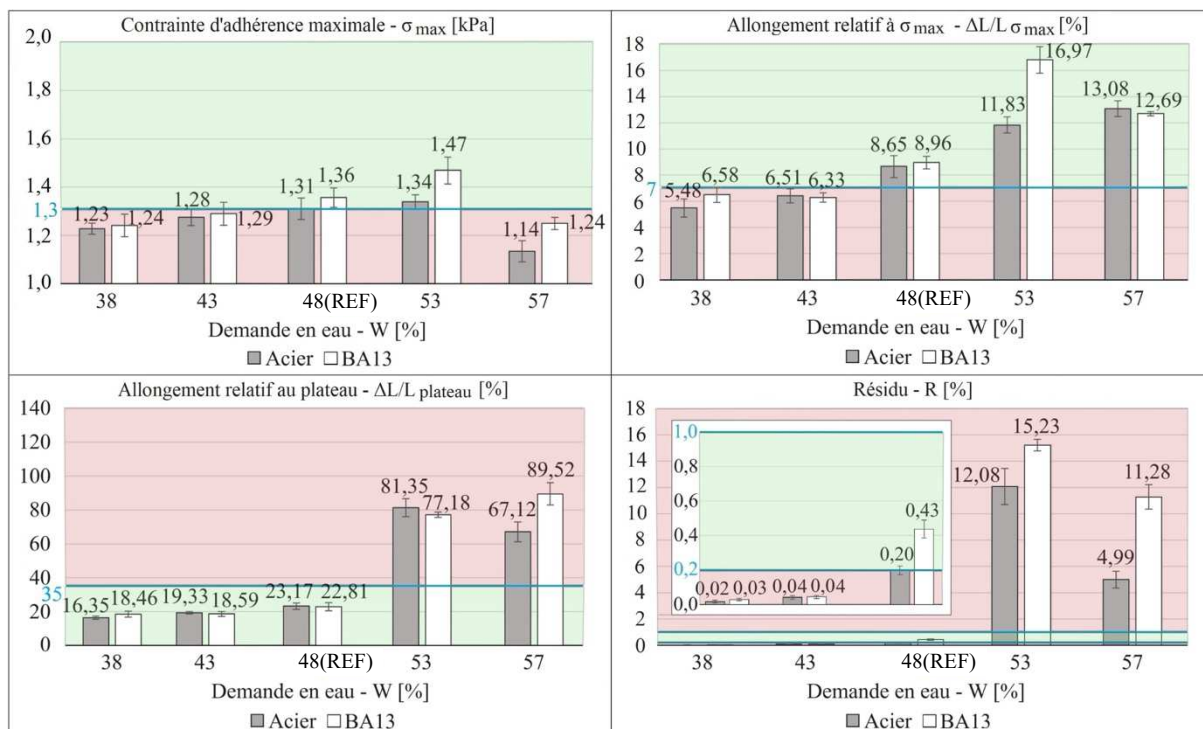


Figure 68 : Les quatre paramètres d'adhérence de la formule REF en fonction de différentes demandes en eau étudiées

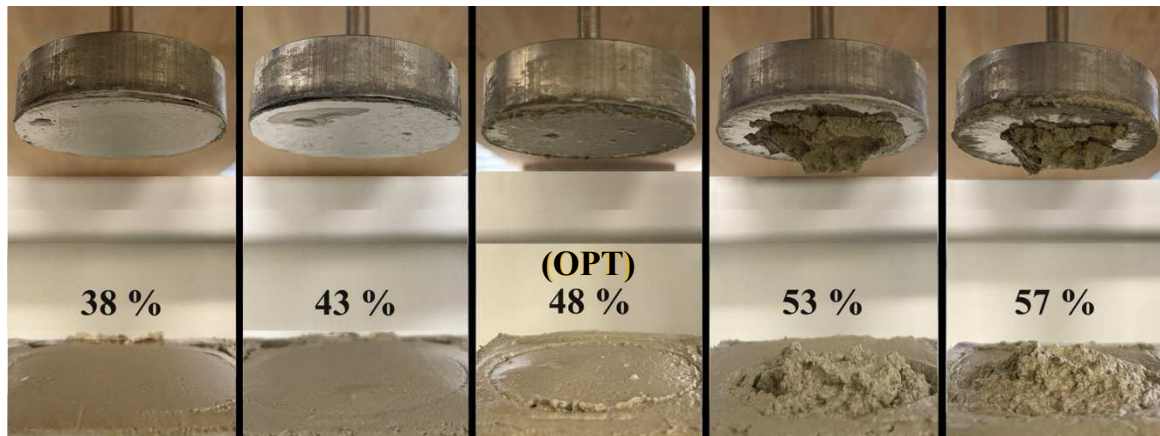


Figure 69 : Résidu obtenu sur le support en acier pour un échantillon représentatif de la formule OPT selon les demandes en eau étudiées

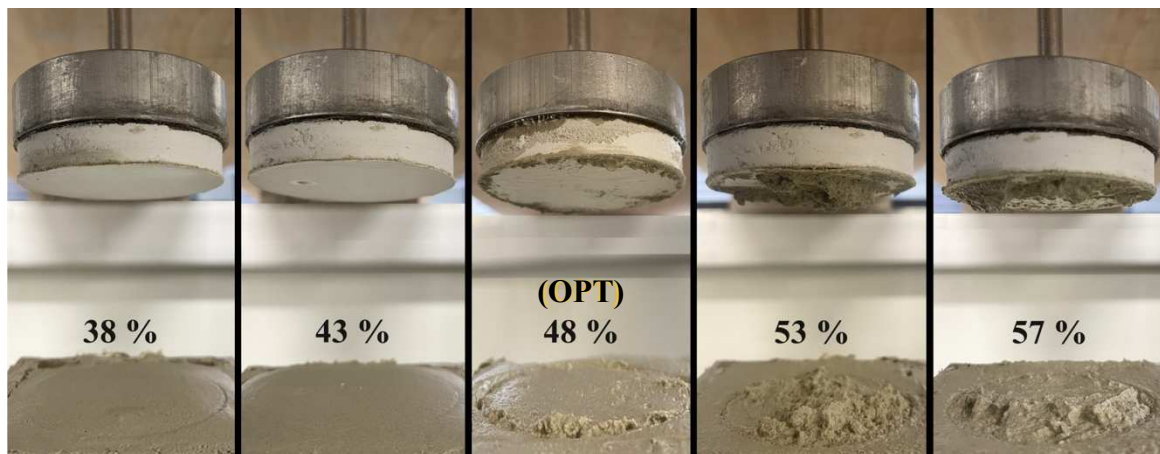


Figure 70 : Résidu obtenu sur le support en BA13 peint pour un échantillon représentatif de la formule OPT selon les demandes en eau étudiées

D'après les résultats relatifs aux quatre paramètres d'adhérence de la formule optimale (OPT), l'augmentation de la demande en eau optimale (48 %) rend l'enduit significativement plus collant, ce qui augmente de manière considérable l'adhésion par rapport à la cohésion. En effet, l'augmentation de la demande en eau se traduit par un accroissement significatif de l'allongement relatif, tant à σ_{max} qu'au plateau. Cela génère une consistance très collante qui ne respecte pas le paramètre d'allongement relatif au plateau, avec des valeurs largement supérieures au seuil fixé à 35 %. En conséquence, la quantité de résidu obtenue est très élevée et ne respecte pas le critère associé à ce paramètre.

La réduction de la demande en eau optimale de la formule OPT diminue significativement l'adhérence de l'enduit, ce qui augmente sa cohésion par rapport à son adhésion. En conséquence, l'enduit présente une adhérence insuffisante aux supports avec un résidu très faible et proche de zéro, ne répondant pas ainsi aux critères établis pour l'allongement relatif à σ_{max} et pour le résidu. Ainsi, la diminution de la teneur en eau affecte négativement la capacité d'adhérence de l'enduit, compromettant

la formation d'une liaison suffisante avec le support d'application. A partir de ces données, il s'est révélé que la formule OPT est sensible à la quantité d'eau ajoutée, où une variation en teneur en eau de $\pm 5\%$ est suffisante pour déstabiliser la consistance de l'enduit à l'état frais face à un excès ou un manque d'eau. Le respect du dosage en eau sera donc fondamental pour la bonne application de l'enduit sur chantier.

L'effet de la variation de la demande en eau de la formule de référence (REF) sur l'adhérence se manifeste de manière similaire à celui observé pour la formule OPT. Cependant, dans les conditions de manque d'eau, la formule REF démontre une performance d'adhérence légèrement supérieure à celle de la formule OPT, caractérisé par un allongement relatif un peu plus grand à σ_{max} ainsi qu'au plateau. Toutefois, elle demeure loin des seuils de satisfaction requis. En effet, la matrice de la formule REF contient une plus grande quantité d'eau libre comparée à celle de la formule OPT pour une même demande en eau de 48%. Il est possible de constater cette observation à la figure 2.20, qui illustre le résidu des deux formules. Cette observation suggère que la formule REF possède par rapport à la formule OPT des caractéristiques différentes qui influencent son aptitude à lier l'eau. Afin de délimiter précisément la zone de validité de l'adhérence en fonction de la demande en eau, il serait judicieux de conduire des essais avec des variations de teneur en eau restreintes, comprises entre 1 % et 3 %.

5.2.5. Effet du type de support

Il est crucial d'étudier l'adhérence de l'enduit avec les différents supports avec lesquels il est susceptible de créer une liaison adhésive. Les supports testés se répartissent en deux catégories : les supports non poreux, comprenant la plaque de plâtre BA13 peint et l'acier, ainsi que les supports poreux, qui incluent le béton cellulaire (Siporex), la pierre de tuffeau et l'enduit d'accroche fourni par VEGA. En ce qui concerne les supports poreux, les professionnels dans le domaine des enduits recommandent d'humidifier le support avant l'application de l'enduit afin d'optimiser l'adhérence à l'état frais. Dans cette section, les résultats présentés correspondent à l'état considéré comme optimal, c'est-à-dire l'état humidifié. L'effet de l'humidification des supports poreux sera présenté ensuite. Les paramètres d'adhérence associés aux formules REF et OPT sur les différents supports étudiés sont présentés dans la figure 71.

L'analyse du comportement d'adhérence des formules OPT et REF révèle que les deux répondent aux critères d'adhérence et assurent une bonne adhérence sur tous les supports étudiés. De plus, les deux formules laissent une quantité de résidu plus faible sur l'acier par rapport aux autres supports, ce qui facilite l'application puisque l'enduit se détachera facilement de l'outil pour adhérer au support. Cependant, quel que soit le type de support, la formule OPT présente par rapport à la formule REF une plus grande adhérence mais qui respecte toujours les critères d'adhérence. Globalement, l'adhérence de

l'enduit développé diminue très légèrement sur les supports poreux, notamment le siporex et le tuffeau préalablement humidifiés. Ces résultats indiquent que la formule OPT est robuste face au changement de support, tant que celui-ci ne pose pas de problème significatif d'absorption d'eau (à voir dans la partie suivante).

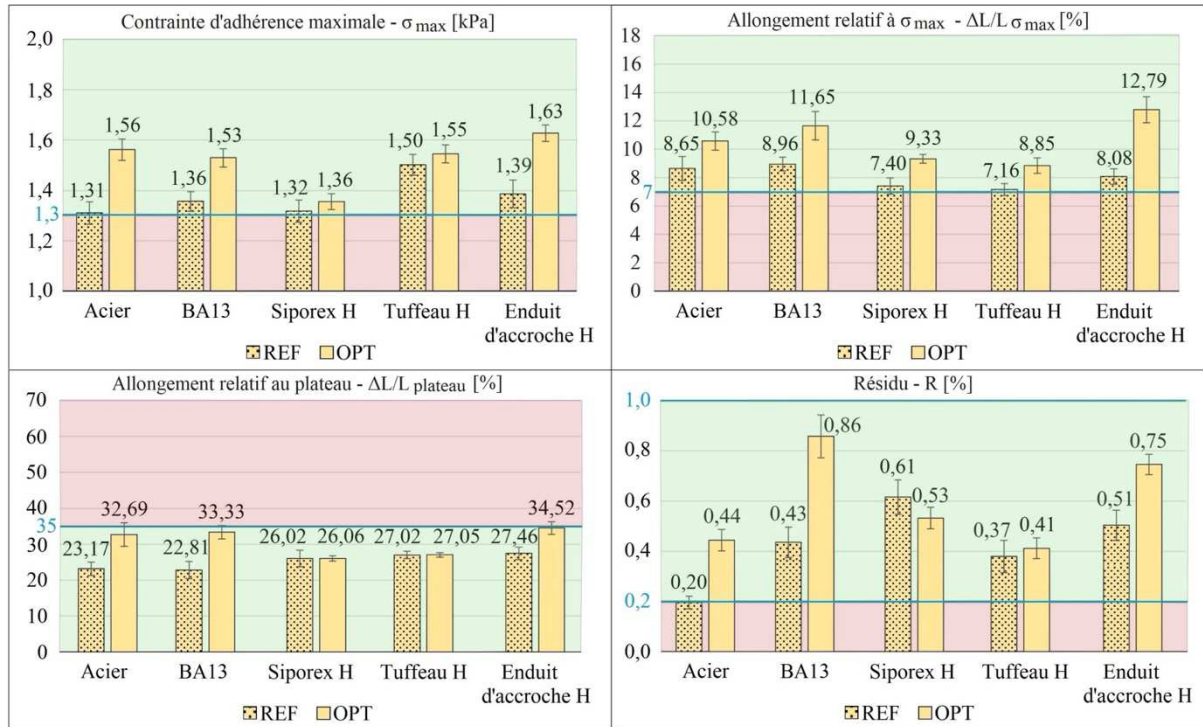


Figure 71 : Les quatre paramètres d'adhérence pour les formules REF et OPT sur les différents supports étudiés

5.2.6. Effet de l'humidification du support

Comme précédemment indiqué, les spécialistes dans le domaine des enduits et mortiers, y compris notre partenaire l'entreprise VEGA Industries, préconisent l'humidification préalable des supports poreux avant l'application de l'enduit. Cette pratique est recommandée afin de favoriser et d'optimiser l'adhérence à l'état frais. Afin de quantifier l'effet de l'humidification préalable des supports poreux sur l'adhérence de l'enduit, une étude a été menée sur les supports poreux testés, notamment le siporex, le tuffeau, et l'enduit d'accroche dans deux états : sec et humide. L'objectif principal de cette démarche était de déterminer si l'humidification influence significativement l'interaction entre l'enduit et la surface du support. Les paramètres d'adhérence associés aux formules REF et OPT sur les différents supports poreux étudiés dans les deux états, sec et humide, sont présentés dans la figure 72. Les résidus associés à un échantillon représentatif de chacune de ces deux formules sur les supports poreux étudiés dans les deux états, sec et humide, sont présentés dans la figure 73.

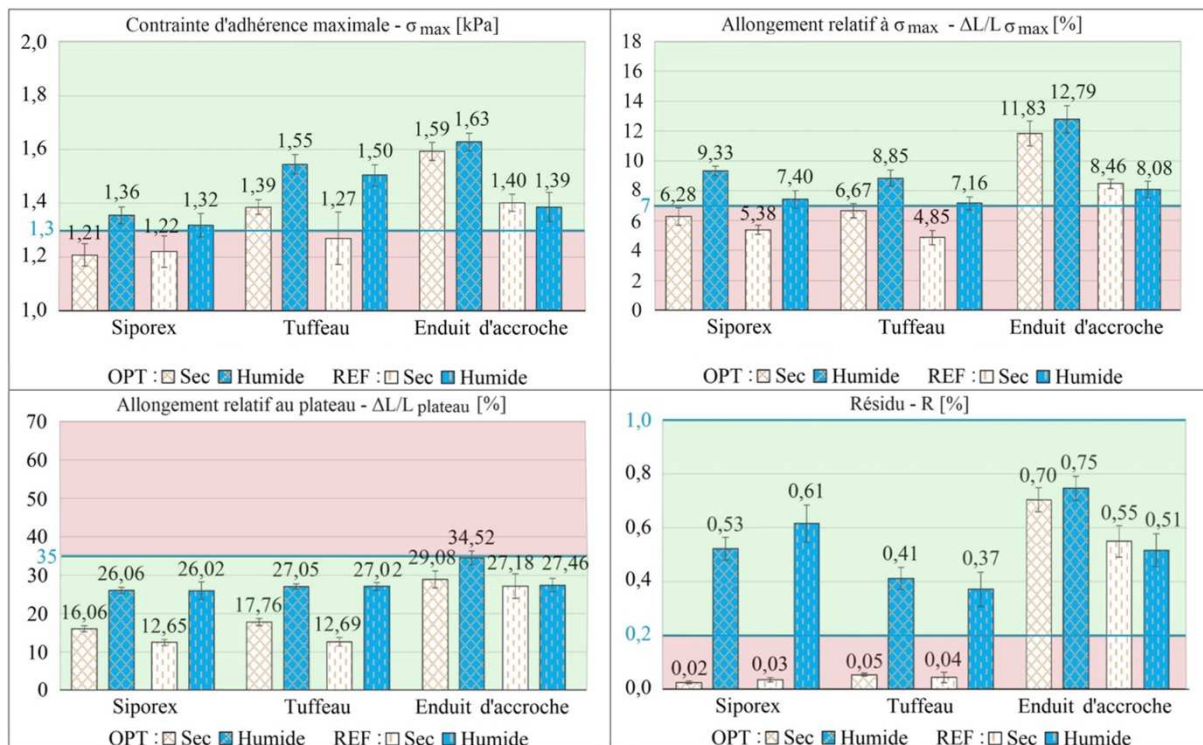


Figure 72 : Les quatre paramètres d'adhérence pour les formules REF et OPT sur les différents supports poreux étudiés, dans les deux états, sec et humide

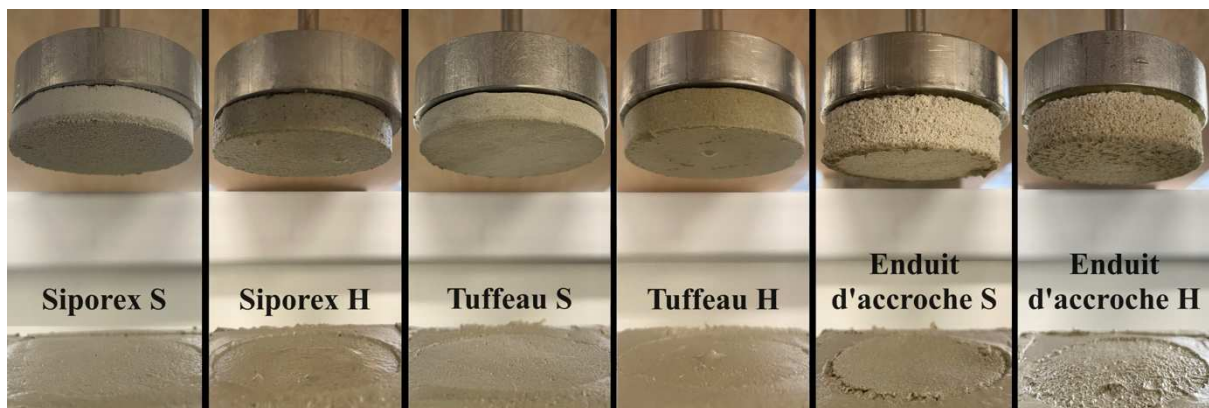


Figure 73 : Résidu obtenu pour un échantillon représentatif de la formule OPT sur les supports poreux examinés, dans les deux états, sec et humide

L'analyse du comportement d'adhérence des formules OPT et REF sur le tuffeau et le siporex à l'état sec montre une adhérence très faible qui ne répond pas aux critères d'adhérence. En revanche, lorsque l'adhérence de ces formules est testée sur les mêmes supports, mais préalablement humidifiés, les enduits satisfont les critères d'adhérence et présentent une bonne adhérence. En effet, la porosité élevée de ces supports entraîne une absorption rapide de l'eau présente à l'interface enduit-support. Ce phénomène capillaire entraîne une dessiccation accélérée de l'enduit, ce qui réduit significativement l'efficacité de l'adhérence. L'eau étant rapidement absorbée, l'enduit sèche à l'interface avec le support avant d'avoir eu suffisamment de temps pour former une liaison d'adhérence adéquate, diminuant ainsi son amplitude. Les paramètres d'adhérence de l'enduit d'accroche présentent des valeurs quasiment

identiques sous les deux états étudiés, ce qui indique que ce matériau ne présente pas de problème lié à l'absorption d'eau.

5.3. Synthèse et apports de l'évaluation de l'adhérence

Le protocole expérimental développé a permis d'évaluer le comportement d'adhérence à l'état frais des différentes formules d'enduit testées à travers quatre paramètres d'adhérence pour chaque test : la contrainte d'adhérence maximale (σ_{max}), l'allongement relatif à la contrainte maximale ($\Delta L/L_{\sigma_{max}}$), l'allongement relatif au plateau ($\Delta L/L_{plateau}$) et le résidu (R). Les seuils définis pour les différents paramètres afin de délimiter les zones de transition entre une bonne et une mauvaise adhérence d'un enduit de finition constituent des critères globalement efficaces pour l'évaluation de l'adhérence des différentes formules étudiées. Cependant, il convient de noter que, parmi ces paramètres, certains s'avèrent plus pertinents que d'autres pour cette évaluation. Il est surprenant de constater que la contrainte d'adhérence maximale s'avère être le paramètre le moins important pour l'évaluation de l'adhérence, sa valeur peut indiquer une adhérence insuffisante, mais elle ne permet pas de signaler une adhérence excessive.

Par ailleurs, le type de support ainsi que la présence ou l'absence d'additifs semblent avoir peu d'effet sur ce paramètre, sauf dans les cas où les tests présentent une très faible adhérence, due soit à une faible demande en eau, soit à la forte absorption d'eau du support. Les paramètres d'allongement relatifs à σ_{max} et au plateau constituent ensemble, un critère valable pour la détermination de la bonne adhérence. Un allongement relatif très faible à σ_{max} indique une adhérence insuffisante. À l'opposé, un allongement relatif très élevé au plateau indique un matériau collant, rendant l'application très difficile. Le résidu constitue un paramètre particulièrement pertinent pour évaluer l'adhérence, car il est possible d'établir un critère de satisfaction à partir de cette seule mesure. Pour que l'enduit assure une bonne adhérence, il doit laisser sur le support un résidu suffisamment faible (inférieur à 2%), mais pas nul pour autant (supérieur à 0,2%). De plus, ce résidu doit être plus petit sur l'outil d'application (l'acier) que sur les autres supports pour faciliter la mise en œuvre.

La formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT) répondent aux critères d'adhérence et présentent donc une adhérence satisfaisante, ce qui assure que l'enduit reste collé sur les surfaces verticales et facilite son application. Cependant, la formule OPT manifeste une adhérence supérieure à celle de la formule REF, caractérisée par des valeurs des paramètres d'adhérence plus grandes. Il convient de noter que, malgré la bonne adhérence de la formule REF, son comportement à l'état durci est insatisfaisant en raison d'un retrait de dessiccation significatif qui induit des fissurations.

L'ajout de superplastifiant (SP) accroît significativement les paramètres d'allongement relatif, générant ainsi une consistance trop collante qui laisse un résidu extrêmement élevé sur les supports. En

effet, la génération d'une telle consistance provoque une rupture cohésive de l'enduit due à une augmentation disproportionnée de l'adhérence par rapport à la cohésion. L'ajout du compensateur de retrait (CR) et de l'entraîneur d'air (EA) entraîne un effet similaire à celui du SP, mais beaucoup moins marqué, rendant la consistance de l'enduit un peu plus collante. L'agent colloïdal (AC) est le seul additif qui exerce un effet positif sur la cohésion, son effet prépondérant compense celui des autres additifs en favorisant la capacité de l'enduit frais à maintenir ses constituants en suspension et augmentant ainsi sa cohésion sans accroître son adhérence. Cependant, c'est l'intégration conjointe de AC avec le SP qui permet d'atteindre une adhérence optimale. Car, une adhérence excessive peut entraîner la déchirure du matériau et un résidu important, tandis qu'une adhérence insuffisante empêche le matériau de coller efficacement.

L'augmentation de la demande en eau au-delà de la demande en eau optimale (48 %) a un effet négatif sur l'adhérence, car elle augmente disproportionnément l'adhésion de l'enduit par rapport à sa cohésion. Cela génère une consistance trop collante, qui ne respecte pas les paramètres d'allongement relatifs au plateau ni le résidu. À l'opposé, la réduction de la demande en eau optimale augmente significativement la cohésion par rapport à l'adhésion, ce qui résulte en une adhérence insuffisante de l'enduit aux supports et ne satisfait pas aux seuils d'allongement relatifs à σ_{max} ni de résidu.

L'enduit présente une bonne adhérence quel que soit le type de support dans ces conditions optimales, tant que celui-ci ne pose pas de problème d'absorption d'eau. Les tests d'adhérence sur les différents supports indiquent que la plaque de plâtre BA13 peinte est le support le plus approprié pour une application de l'enduit à l'intérieur, tandis que l'enduit d'accroche est le meilleur pour une application extérieure. Une très faible adhérence est observée sur les supports poreux non pré-humidifiés, notamment le tuffeau et le siporex, car l'enduit sèche à l'interface avec le support, dégradant ainsi la liaison adhésive. Ces résultats soulignent l'importance de la pré-humidification des supports poreux pour favoriser l'adhérence des enduits à l'état frais.

Chapitre 3 : Comportement à l'état durci

1. Introduction	100
2. Revue de la littérature : Performances à l'état durci	100
3. Matériaux et formulations	106
4. Variations volumiques	108
4.1. Pesée hydrostatique	108
4.1.1. Températures étudiées	110
4.2. Retrait diamétral.....	110
4.2.1. Conditions environnementales étudiées	111
4.3. Résultats.....	112
4.3.1. Variation du volume par pesée hydrostatique	112
4.3.1.1. Formule optimale et formule de référence.....	112
4.3.1.2. Effet de la concentration de CR.....	113
4.3.1.3. Effet de la température.....	115
4.3.2. Évaluation du retrait diamétral	115
4.3.2.1. Effet du type de granulat.....	115
4.3.2.2. Effet des additifs	117
4.3.2.2.1 Effet de chaque additif seul à la formule de référence.....	119
4.3.2.2.2 Exclusion d'un additif de la formule optimale.....	122
4.3.2.3. Effet des conditions environnementales	123
4.4. Synthèse et apports de l'évaluation des variations volumiques.....	129
5. Adhérence à l'état durci.....	131
5.1. Mesure d'adhérence par traction directe	131
5.1.1. Formules étudiées.....	132

5.1.2.	Supports utilisés.....	133
5.2.	Résultats.....	134
5.2.1.	Effet du type de granulat	134
5.2.2.	Effet des additifs.....	135
5.2.2.1.	Effet de chaque additif seul à la formule de référence	137
5.2.2.2.	Exclusion d'un additif de la formule optimale	138
5.2.3.	Effet du type de support	139
5.2.4.	Effet de l'humidification du support	142
5.3.	Synthèse et apports de l'évaluation de l'adhérence.....	144
6.	Propriétés mécaniques	145
6.1.	Méthodes.....	145
6.1.1.	Résistance à la compression et à la flexion	145
6.1.2.	Mesure de résistance au perçage	146
6.1.3.	Duromètre.....	147
6.1.4.	Formules étudiées.....	148
6.2.	Résultats.....	149
6.2.1.	Évaluation de la résistance à la compression et à la flexion.....	149
6.2.1.1.	Effet du type de granulat.....	149
6.2.1.2.	Effet des additifs	150
6.2.1.2.1	Effet de chaque additif seul à la formule de référence.....	151
6.2.1.2.2	Exclusion d'un additif de la formule optimale.....	152
6.2.2.	Évaluation de la résistance au perçage	153
6.2.2.1.	Exemple de résultat brut d'un test de perçage.....	153
6.2.2.2.	Effet des additifs	154
6.2.2.2.1	Effet du compensateur de retrait et de l'entraîneur d'air	155
6.2.3.	Évaluation de la dureté	157

6.2.3.1.	Effet des additifs	157
6.2.3.1.1	Effet du compensateur de retrait et de l'entraîneur d'air	158
6.3.	Synthèse et apports de l'évaluation des performances mécaniques.....	159

Chapitre 3 : Comportement à l'état durci

1. Introduction

L'enduit développé à base de poudre de tuffeau sera appliqué comme une couche fine de finition d'une épaisseur d'environ 5 mm pour imiter au plus près l'esthétique des parois des bâtiments anciens en pierre de tuffeau. Les critères définis pour l'enduit à l'état durci comprennent une apparence esthétique similaire à celle de la pierre de tuffeau, un retrait minimal sans fissuration, une bonne adhérence au support et des propriétés mécaniques suffisantes. L'enduit sans additifs répond aux critères esthétiques et mécaniques en présentant un aspect et une couleur similaires à ceux de la pierre de tuffeau et une résistance mécanique suffisante. Cependant, la forte demande en eau de la poudre de tuffeau se traduit par des problèmes significatifs de retrait par dessiccation, accompagnés de fissurations et d'une perte d'adhérence. L'amélioration de la formulation de l'enduit par l'ajout des additifs a permis de résoudre efficacement l'ensemble des problèmes identifiés et de satisfaire aux critères requis à l'état durci. Par conséquent, l'enduit optimisé par la présence d'additifs ne présente aucune fissuration, assure une bonne adhérence et conserve une dureté suffisante pour résister aux chocs. Afin de comprendre finement le rôle de chaque additif sur les variations de volume, l'adhérence au support et les propriétés mécaniques, une étude quantitative a été réalisée à travers différents tests expérimentaux sur différentes formulations d'enduit et dans diverses conditions de température et d'humidité. Les variations volumiques ont été quantifiées sous différentes conditions environnementales à l'aide de tests de pesée hydrostatique et de mesures de retrait diamétral sur des échantillons de 7 mm et 14 mm d'épaisseur. L'adhérence aux différents supports a été évaluée par des tests de traction directe. Les performances mécaniques ont été déterminées sur des échantillons normalisés (prismatiques et cubiques) par des tests de résistance à la compression et à la flexion, ainsi que sur des échantillons d'enduit mince de 5 mm d'épaisseur à l'aide de tests de micro-perçage et de dureté.

2. Revue de la littérature : Performances à l'état durci

Les performances à l'état durci d'un béton, d'un mortier ou d'un enduit dépendent principalement de leurs constituants, tels que le type de liant, les propriétés des granulats utilisés et le choix des additifs. La sélection de ces composants est intrinsèquement liée aux fonctionnalités requises par ces matériaux dans des contextes d'application spécifiques. D'autres paramètres peuvent également affecter les performances à l'état durci, notamment les procédés de mélange et de mise en œuvre, les conditions ambiantes lors de l'application, les pratiques de cure, ainsi que l'exposition environnementale. Des

recherches variées ont été conduites par plusieurs chercheurs pour évaluer l'influence des différents composants sur les caractéristiques finales à l'état durci de ces matériaux.

L'utilisation de granulats calcaires de diverses granulométries, issus de résidus de carrière de pierre ou d'autres sources, constitue une approche empirique dans le développement de formulations pour mortiers et enduits. Cette démarche vise à conférer à ces matériaux des propriétés spécifiques, à valoriser les déchets du domaine de la construction et à réduire la surexploitation des ressources granulaires. La poudre calcaire présente une surface spécifique et des valeurs d'absorption d'eau plus élevées par rapport aux granulats habituellement utilisés dans les mortiers, ce qui augmente la demande en eau et le retrait de séchage [42]. Selon Skocek et al. [109], le potentiel de la fraction fine des granulats recyclés n'a pas encore été pleinement exploité, car ces particules fines, issues des déchets de construction, tendent à augmenter le retrait et peuvent compromettre la stabilité et la résistance du béton et du mortier [110]. En revanche, cette fraction fine peut être utilisée comme matériau de substitution de liant (filler) augmentant la densité du mortier, comme démontré par Matos et al [111]. Fragata et Veiga [112] ont constaté des résistances mécaniques plus élevées dans les mortiers de chaux aérienne préparés avec des granulats calcaires comparés aux granulats siliceux. Beck et al. ont étudié la formulation de mortiers à la chaux aérienne utilisant la poudre de tuffeau comme granulat [15 - 17]. Leurs mortiers nécessitaient une importante demande en eau, se traduisant par un retrait significatif lors de la dessiccation, accompagné de fissurations importantes et de perte d'adhérence.

Le type de liant influence significativement les propriétés des mortiers. En particulier, l'emploi de la chaux comme substitut partiel du ciment entraîne une augmentation du retrait de séchage [113] et une amélioration de l'adhérence aux autres matériaux [114]. Pozo-Antonio [115] a comparé le retrait des mortiers employant des liants couramment utilisés dans la restauration et la conservation du patrimoine bâti avec des agrégats de pierre calcaire pure. Il a indiqué que les mortiers utilisant la chaux hydraulique comme liant ont présenté un retrait plus faible comparé à ceux à la chaux aérienne et au mélange ciment-chaux aérienne. L'évaporation de l'eau durant le processus de séchage des mortiers à base de chaux aérienne peut entraîner un retrait [116 - 118], ce qui peut générer des fissures superficielles. De plus, le retrait peut générer des contraintes de cisaillement et diminuer l'adhérence, conduisant ainsi à un décollement prématuré du mortier par rapport à son support [119]. L'ajout d'un agent colloïdal tel que le dérivé de cellulose peut significativement renforcer le pouvoir d'adhésion du mortier [120].

Différentes méthodes sont recommandées pour contrôler le développement des fissures dues au retrait de séchage : le contrôle de la cinétique et de l'amplitude de l'évaporation d'eau depuis la surface du mortier en surveillant les conditions de cure et le contrôle de la quantité d'eau ajoutée. L'utilisation d'additifs appropriés pouvant prévenir les fissures [121], tels que des agents réducteurs de retrait pour diminuer les contraintes de traction dues aux variations volumiques [64, 122]. La teneur en eau d'un mortier affecte directement ses performances [123]. L'augmentation de la quantité d'eau dans la

composition du mortier diminue sa résistance mécanique et augmente le risque de fissuration par retrait [123]. Kioumars et al. [67] ont étudié l'effet des agents réducteurs de retrait sur le retrait du béton ordinaire avec différents rapports eau-ciment et ont constaté que l'utilisation de cet additif peut réduire le retrait libre de séchage d'environ 50 %. Wang et al. [66] ont évalué l'impact d'un agent compensateur de retrait à base de poudre d'aluminium, ajouté à des concentrations de 0,013 % à 0,021 % du poids du ciment. Leurs résultats montrent que cet additif compense efficacement le retrait au jeune âge. Azarhomayun et al. [123] ont également démontré que la poudre d'aluminium réduit significativement la fissuration. En appliquant un traitement d'image sur leurs résultats de retrait de séchage restreint, ils ont observé que cet additif réduit la surface totale des fissures de 27 % ainsi que leur largeur moyenne et maximale de 67 %.

D'autres auteurs ont démontré l'efficacité d'autres additifs dans la réduction du retrait de séchage, tels que la cendre d'huile de palme [124, 125] et les laitiers [126, 127]. Cultrone et al. [69] ont rapporté que l'emploi d'un agent entraîneur d'air a significativement modifié la microstructure des mortiers à base de chaux, en créant des pores arrondis permettant ainsi d'éliminer les fissures de séchage. Gao et al. ont démontré que la déformation due au retrait à sec à 90 jours avec l'ajout de 1 %, 2 %, 3 % et 4 % d'agent réducteur de retrait diminue respectivement de 27,1 %, 45 %, 56,6 % et 68,7 % par rapport à une formulation sans cet additif. Cependant, la résistance à la compression à 28 jours avec les mêmes pourcentages d'agent réducteur de retrait diminue respectivement de 15,2 %, 29,5 %, 31,8 % et 33,5 % comparée à une formulation sans cet agent.

Les additifs compensateurs de retrait réduisent généralement le retrait en induisant un gonflement au sein du matériau. La quantification de ce gonflement ainsi que du retrait à jeune âge des échantillons prismatiques présente des défis significatifs, étant donné que les mesures ne peuvent être réalisées qu'après une période de 24 heures pour les mortiers cimentaires et de plusieurs jours pour ceux à base de chaux. Par conséquent, des chercheurs ont proposé la méthode de pesée hydrostatique qui permet de quantifier les variations de volume dans un matériau au fil du temps en appliquant le principe de la poussée d'Archimède. Loukili et al. [128] ont indiqué que l'utilisation d'une membrane souple pour contenir l'échantillon assure une bonne étanchéité par rapport au milieu environnant, tout en permettant des déformations libres grâce à l'élasticité de la membrane. Lavinia Stefan [129] a également appliqué cette méthode pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux cimentaires au jeune âge.

Le comportement à l'état durci des mortiers/enduits dépend fortement des conditions de cure, du temps et des mécanismes microstructuraux à l'origine des produits d'hydratation/carbonatation. En effet, le processus naturel de durcissement d'un mortier de chaux implique l'évaporation de l'eau capillaire, la réaction de carbonatation de la portlandite et la cristallisation du CaCO_3 [80, 130]. En fonction du type de chaux utilisée, le processus de prise se fait différemment. Une chaux aérienne fait sa prise par carbonatation au contact de l'air, tandis que la chaux hydraulique fait sa prise par

hydratation au contact de l'eau. La température, l'humidité relative et la concentration en CO_2 , jouent un rôle essentiel dans les évolutions de la carbonatation et de l'hydratation [131 - 133]. La réaction de carbonatation joue un rôle primordial dans l'atteinte de la résistance maximale des liants à base de chaux aérienne et contribue à l'amélioration du changement microstructural de ces liants en transformant la portlandite en calcite [134 - 136]. En effet, l'interaction entre l'hydroxyde de calcium (portlandite) et le CO_2 présent dans l'atmosphère conduit à la formation de carbonate de calcium (calcite) CaCO_3 (Eq.3.1).



Bien que la carbonatation soit définie comme une réaction chimique unique, elle se déroule en plusieurs étapes successives [137, 138] : (i) la diffusion du dioxyde de carbone (CO_2) atmosphérique à travers la porosité de la pâte de mortier ; (ii) l'absorption et la dissolution du CO_2 dans l'eau présente dans les pores du mortier pour former l'acide carbonique H_2CO_3 ; (iii) la décomposition de H_2CO_3 en ions bicarbonate (HCO_3^-) et ions hydronium (H_3O^+) suivie par la décomposition de HCO_3^- en ions carbonate (CO_3^{2-}) et ions hydronium (H_3O^+) ; (iv) la dissolution de l'hydroxyde de calcium également appelé portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dans l'eau des pores, libérant les ions calcium Ca^{2+} et hydroxyle OH^- ; (v) la réaction entre les ions Ca^{2+} et CO_3^{2-} pour former finalement le carbonate de calcium CaCO_3 qui contribue à la prise et au durcissement du mortier. La figure 74 schématise les différentes étapes de la réaction de carbonatation dans un mortier à la chaux.

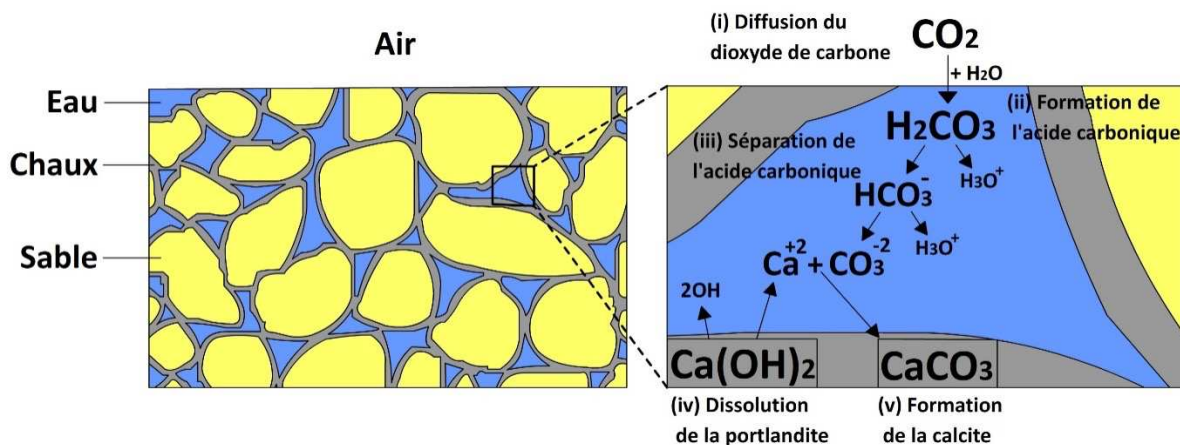


Figure 74 : Une schématisation des différentes étapes de la réaction de carbonatation

La carbonatation de la chaux est un facteur essentiel, car elle peut déterminer la porosité du matériau ainsi que sa résistance mécanique [139]. Il est largement documenté dans la littérature que le processus de production, la composition chimique et la surface spécifique du liant sont les principaux facteurs affectant la vitesse de carbonatation [140, 141]. La carbonatation des mortiers de chaux peut être accélérée par l'introduction des additifs spécifiques, tel que le carbonate d'ammonium, qui permet une

réaction de carbonatation plus rapide et une résistance mécanique initiale supérieure [142]. Différentes méthodes expérimentales ont été appliquées pour évaluer le processus de carbonatation, notamment le test à la phénolphthaléine [143, 144] et l'analyse thermogravimétrique (TGA) qui permet de quantifier le contenu en CaCO_3 [145, 146]. D'autres méthodes ont également été citées dans la littérature, telles que la microscopie électronique à balayage, la microscopie optique et la spectroscopie Raman [147 - 150].

La résistance d'un mortier varie en fonction du granulat utilisé. Dans leur étude, Lanas et al. [40] ont exploré l'impact du type des granulats sur les propriétés mécaniques des mortiers à base de chaux aérienne. Leurs résultats indiquent que les mortiers élaborés à partir de sable calcaire concassé affichent des performances supérieures en termes de résistance mécanique comparativement à ceux formulés avec du sable siliceux. Une proportion d'eau élevée dans la composition du mortier à la chaux aérienne affecte négativement le développement de la résistance mécanique et impacte ainsi la durabilité [141].

Les ajouts pouzzolaniques sont couramment utilisés dans les mortiers et enduits afin d'améliorer leurs performances. Des preuves de l'utilisation de pouzzolanes ont été découvertes au Néolithique (7000 av. J.C.) en Galilée [151]. Dans les mortiers anciens, les pouzzolanes étaient utilisées en combinaison avec la chaux pour améliorer la résistance à l'humidité des mortiers et des enduits, la compacité des mortiers de pose de sols, ainsi que la résistance mécanique des mortiers structurels [152, 153]. Il existe différentes catégories de pouzzolanes selon leur origine. Les pouzzolanes naturelles comprennent les tufs, les schistes, les terres diatomées, certains types de matériaux silico-calcaires à grains fins, la pierre ponce, le basalte, les calcédoines, les opales, les micas et les feldspaths [154, 155]. Les pouzzolanes artificielles comprennent les cendres volantes issues de la combustion à haute température, la fumée de silice, les cendres de combustion de la biomasse, les argiles calcinées et d'autres matériaux similaires [155 - 159]. La poudre de tuffeau contient approximativement 30 % de silice amorphe sous forme d'opale et une proportion d'environ 10 % de minéraux argileux. Ces composants induisent une réaction pouzzolanique au contact de la chaux, ce qui contribue à l'amélioration des performances mécaniques du mortier A long terme [15 - 17]. En effet, lorsque la proportion d'argiles ou d'autres silicates est d'environ 10 % dans un mortier à la chaux aérienne, le matériau peut présenter des caractéristiques similaires aux liants hydrauliques [160]. Comme mentionné précédemment, la chaux aérienne durcit par carbonatation. Cependant, la présence de pouzzolanes modifie le processus de durcissement en conférant une prise hydraulique similaire à celle des mortiers de chaux hydraulique [79]. Les mortiers à la chaux aérienne contenant des pouzzolanes durcissent généralement par deux processus chimiques en compétition : la réaction pouzzolanique et la carbonatation [161].

Les additifs utilisés dans la formulation des mortiers affectent significativement les processus de durcissement ainsi que les performances à l'état durci. Kontic et al. [162] ont conclu que les mortiers à base de chaux aérienne contenant une plus grande quantité d'agents entraîneurs d'air ont atteint entre 80 et 85 % de leur résistance mécanique finale au cours des 28 premiers jours. Seabra et al. ont montré

[89] que l'ajout d'agents entraîneurs d'air dans des mortiers de chaux aérienne et de chaux-pouzzolane n'affecte pas la carbonatation, augmente la porosité et la perméabilité, et diminue également les propriétés mécaniques, par rapport aux mélanges sans cet additif. Étant donné que l'augmentation de la porosité totale induite par les entraîneurs d'air diminue généralement la résistance mécanique, il convient de faire attention à leur dosage afin de ne pas compromettre la résistance des mortiers. À l'inverse, les superplastifiants, en fonction de leur dosage, augmentent la résistance à la compression des mortiers et peuvent éventuellement réduire le temps de prise [163 - 165].

Au cours des dernières années, des progrès notables ont été accomplis dans le développement de méthodologies d'évaluation des performances mécaniques des mortiers et enduits. Des recherches scientifiques ont été conduites sur l'emploi de différents tests, incluant le test de charge ponctuelle [164, 165], le test d'indentation [168], le scléromètre [169 - 171], le micro-perçage [173 - 181], la mesure de vitesse d'impulsion par ultrasons (UPV) [169, 182, 183] et le test de dureté [184, 185]. Les principaux avantages du scléromètre, des tests UPV et des testeurs de dureté résident dans leur caractère non-destructif et leur portabilité. Les tests de charge ponctuelle, d'indentation et de micro-perçage sont micro-destructifs, mais nécessitent un échantillon de petite taille. Toutes ces techniques sont relativement simples à réaliser, demandent peu de temps pour leur exécution et sont généralement peu coûteuses. Le test de micro-perçage consiste à percer un trou à une vitesse de rotation et un taux de pénétration définis et constants, ce qui permet de mesurer la force de pénétration en fonction de la profondeur [173]. Le Système de Mesure de la Résistance au perçage a d'abord été utilisé dans le domaine de la conservation du patrimoine bâti pour caractériser les pierres naturelles [174 - 176], puis il a suscité un grand intérêt en tant que méthode en laboratoire et sur le terrain pour la caractérisation d'autres matériaux et l'étude de l'efficacité des traitements de consolidation [177 - 179]. Cependant, différents auteurs ont constaté que l'interprétation des profils de perçage dans les mortiers tendres présente une dispersion significative en raison de leur inhomogénéité, ce qui constitue un défi important pour ces matériaux [85, 86].

3. Matériaux et formulations

Les différentes compositions d'enduit étudiées dans ce chapitre sont formulées principalement avec la poudre de tuffeau et la chaux aérienne. En plus de ces deux constituants de base, quatre additifs sous forme de poudre ont été utilisés. Ces additifs incluent : un superplastifiant (SP) qui permet de diminuer la demande en eau nécessaire pour obtenir un certain niveau d'étalement, un compensateur de retrait (CR) capable de limiter le retrait et de prévenir l'apparition de fissures, un entraîneur d'air (EA) destiné à augmenter la maniabilité et un agent colloïdal (AC) optimisant l'adhérence. De plus, le sable calcaire fin a été utilisé à des fins de comparaison en substitution de la poudre de tuffeau dans la composition de l'enduit sans additifs. Cette substitution visait à étudier l'impact de la nature du granulat sur les propriétés à l'état durci d'un enduit à base de poudre de tuffeau. Les propriétés spécifiques de chacun de ces matériaux sont détaillées dans la section dédiée aux matériaux du premier chapitre. Conformément à l'étude de pré-formulation, pour toutes les formules étudiées, la proportion de chaux a été fixée à 15 % de la masse totale sèche (chaux + granulat). La masse combinée des additifs, étant inférieure à 1 % de la masse totale, a été considérée comme négligeable. La demande en eau (W) de chaque formule a été déterminée en utilisant le test de la table à choc, définie comme la quantité d'eau requise pour atteindre un diamètre d'étalement de 165 ± 3 mm. Cette demande en eau est présentée en pourcentage de la masse totale sèche.

Afin de quantifier l'amplitude et la cinétique du compensateur de retrait (CR) sur les variations de volume de l'enduit, et de comparer le comportement du matériau en présence et en absence de différents additifs, les formules de référence et optimale ont été testées par la méthode de pesée hydrostatique. De plus, trois formules avec différentes concentrations de CR ont été évaluées par cette méthode. Ces formules sont préparées en doublant, en réduisant de moitié ou en éliminant totalement le CR de la formule optimale (OPT), tout en conservant les autres additifs dans ces formules. Les formules examinées par cette méthode incluent : REF ; 0 % CR (formule -CR) ; 0,11 % CR ; 0,22 % CR (formule OPT) ; 0,44 % CR. Pour évaluer l'impact du type de granulat sur le retrait, caractériser et quantifier les différences de retrait entre l'enduit optimal et l'enduit de référence, et déterminer l'effet spécifique de chaque additif sur le retrait de l'enduit durci, les onze formules initialement examinées à l'état frais ont été soumises à des évaluation du retrait diamétral : la formule optimale (OPT) contenant tous les additifs, la formule de référence (REF) sans additif, quatre formules comportant exclusivement un seul additif, quatre formules préparées en retirant un seul additif à la formule optimale, et une formule de sable calcaire (SC) préparée en substituant la totalité de la poudre de tuffeau par du sable calcaire fin dans la formule sans additifs. De plus, afin d'étudier l'impact de la concentration du compensateur de retrait (CR) sur l'amplitude et la cinétique du retrait diamétral, les mêmes formules, qui ont été étudiées par pesée hydrostatique, ont été analysées par ce test.

Le tableau 17 présente toutes les formules étudiées dans ce chapitre, leurs désignations et leurs compositions.

Tableau 17 : Composition des formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble de formulations, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire. Le dosage des additifs est en fonction de la masse totale des composants secs.

Formule	SP [%]	CR [%]	EA [%]	AC [%]	W [%]
SC	–	–	–	–	24
REF	–	–	–	–	48
+SP	0,37	–	–	–	39
+CR	–	0,22	–	–	48
+EA	–	–	0,10	–	50
+AC	–	–	–	0,10	56
OPT	0,37	0,22	0,10	0,10	48
–SP	–	0,22	0,10	0,10	56
–CR	0,37	–	0,10	0,10	48
–EA	0,37	0,22	–	0,10	48
–AC	0,37	0,22	0,10	–	39
0 % CR	0,37	–	0,10	0,10	48
0,11 % CR	0,37	0,11	0,10	0,10	48
0,22 % CR	0,37	0,22	0,10	0,10	48
0,44 % CR	0,37	0,44	0,10	0,10	48
SP : superplastifiant, CR : compensateur de retrait, EA : entraîneur d'air, AC : agent colloïdal, W : demande en eau					

OPT

4. Variations volumiques

4.1. Pesée hydrostatique

La méthode de pesée hydrostatique a d'abord été utilisée pour caractériser et quantifier l'amplitude et la cinétique de l'action exercée par le compensateur de retrait sur les variations de volume de l'enduit. Cette méthode permet d'observer les changements de volume induits par le retrait ou l'expansion du matériau au cours du temps en appliquant le principe de la poussée d'Archimède. En effet, tout corps immergé dans un liquide est soumis à une poussée verticale, de bas en haut, équivalente au poids du liquide déplacé. Ainsi, cette force réduit le poids apparent de l'échantillon lorsqu'il est immergé dans l'eau. La différence entre le poids de l'échantillon dans l'air (m) et son poids apparent dans l'eau (m^*) permet de mesurer son volume (V), car cette différence correspond au poids du volume d'eau déplacé. L'équation 3.2 présente la relation utilisée pour déterminer le volume à un temps donné ($V(t)$) via la méthode de pesée hydrostatique, tandis que l'équation 3.3 illustre la relation permettant de déterminer la variation de volume à un temps donné ($\Delta V(t)$).

$$V(t) [m^3] = \frac{m [g] - m^* (t) [g]}{\rho_{eau} [g/m^3]} \quad (\text{Eq.3.2})$$

$$\Delta V(t) [\%] = \frac{V(t) - V(t=0)}{V(t)} \times 100 \quad (\text{Eq.3.3})$$

Le dispositif d'essai comprend une balance de précision connectée à un ordinateur, une membrane en caoutchouc, souple et imperméable, contenant l'échantillon à tester, ainsi qu'un bac rempli d'eau muni d'un système de contrôle de la température. La figure 75 illustre le dispositif utilisé pour la mesure des variations de volume via la méthode de pesée hydrostatique.

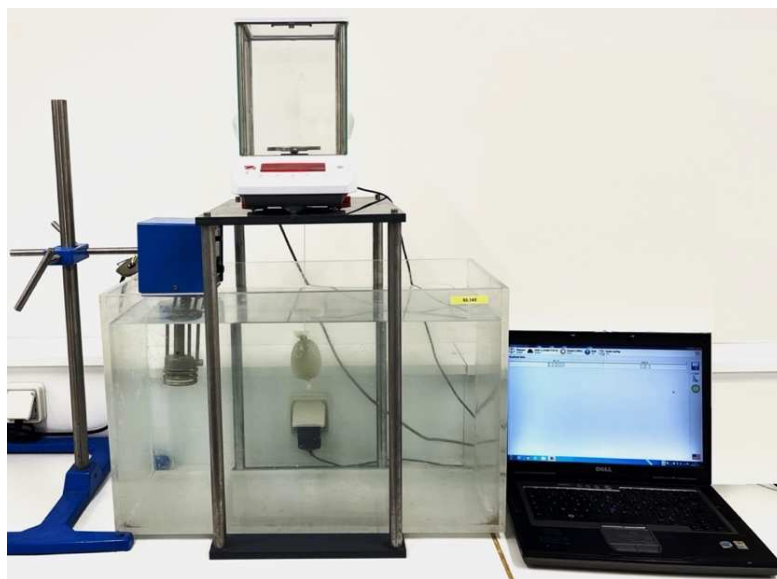


Figure 75 : Dispositif expérimental pour la mesure des variations de volume par pesée hydrostatique

La procédure suivie pour la réalisation d'un test se déroule comme suit : Une fois le malaxage terminé, une quantité de 150 ± 1 g d'enduit frais est introduite progressivement dans la membrane en caoutchouc souple et imperméable à l'aide d'une spatule, en veillant à mettre en place soigneusement le matériau afin d'éliminer toute présence d'air et d'assurer son homogénéité. Après avoir rempli la membrane et évacué l'air autant que possible, un nœud est réalisé pour fermer hermétiquement l'ensemble. Ensuite, la membrane scellée contenant l'échantillon est attachée au crochet peseur situé sous la balance à l'aide d'un fil en nylon, puis elle est immergée dans le récipient rempli d'eau, en veillant à ne pas toucher les parois ni le fond. La balance, connectée à un ordinateur, enregistre automatiquement la masse apparente de l'échantillon immergé toutes les cent secondes pendant une durée de 48 heures. La Figure 76 schématise et résume la procédure adoptée pour l'exécution d'un test de pesée hydrostatique.

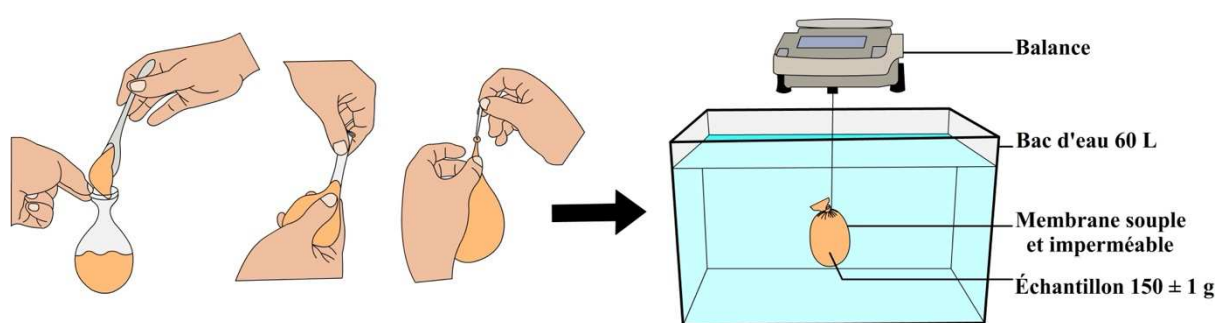


Figure 76 : Schématisation de la procédure adoptée pour l'exécution d'un test de pesée hydrostatique

4.1.1. Températures étudiées

Le compensateur de retrait réagit avec la chaux en présence d'eau pour produire des bulles de gaz (dihydrogène) dans la matrice de l'enduit. Comme pour toute réaction chimique, la température joue un rôle important sur la cinétique de la réaction. Pour assurer une comparabilité entre les résultats, l'examen de l'ensemble des formules étudiées s'est déroulé à une température contrôlée et constante de 20 °C. Afin d'étudier plus précisément l'influence de la température sur l'action du compensateur de retrait (CR), la formule OPT a également été testée à des températures de 10 °C et 30 °C.

Le maintien des températures à 20 °C et 30 °C a été assuré par l'emploi d'un système de chauffage thermostaté. La régulation de la température à 10 °C a été réalisée dans une salle climatisée, en utilisant de l'eau maintenue à 10 °C au sein d'une enceinte climatique, et en ajoutant un apport régulier d'eau afin de conserver cette même température. Pour chaque formule étudiée, trois échantillons ont été testés et les résultats présentés correspondent aux moyennes des mesures.

4.2. Retrait diamétral

L'enduit développé sera typiquement appliqué au moyen d'une taloche en acier pour réaliser une couche de finition d'environ 5 mm d'épaisseur. L'amplitude et la cinétique du retrait dans le cas des échantillons de forme prismatique ($40 \times 40 \times 160$ mm) diffèrent significativement de celles observées pour une couche mince d'enduit. Ceci peut être attribué aux variations d'épaisseur, à la méthode de mise en œuvre (moulage ou talochage), ainsi qu'aux conditions et à la cinétique de séchage. Avec l'objectif de simuler au mieux les conditions réelles d'application et de séchage auxquelles l'enduit sera soumis, le retrait a été mesuré dans des boîtes cylindriques en plastique de 7 mm d'épaisseur et de 92 mm de diamètre, en utilisant la technique d'application à la taloche. De plus, afin d'évaluer l'effet de l'épaisseur sur le retrait d'une couche d'enduit, des boîtes cylindriques de 14 mm d'épaisseur et de 87 mm de diamètre ont également été utilisées. Dans un cas réel où l'enduit est appliqué sur un support, l'adhérence au support empêche toute mesure du retrait par simple rétraction des frontières de l'enduit. Si l'adhérence est suffisante, le retrait se fera donc principalement dans la direction perpendiculaire au support, ainsi que par le développement de fissuration.

La mesure développée ici vise à maximiser la part du retrait qui se traduit par une rétraction des bords de l'enduit, en minimisant toute adhérence au support. Les boîtes cylindriques ont donc été traitées avec de l'huile de décoffrage pour empêcher l'adhérence de l'enduit au support et éviter ainsi l'apparition de fissures susceptibles d'affecter les mesures de retrait. Après achèvement du malaxage, l'enduit frais a été appliqué à l'aide d'une taloche en acier dans la boîte. Puis, tout excès de matériau a été éliminé en lissant la surface de la boîte. Ensuite, les échantillons ont été conservés dans une enceinte climatique, dans des conditions de température et d'humidité relative contrôlées. Le diamètre et la masse de l'échantillon ont été mesurés à l'aide d'un pied à coulisse et d'une balance à différents moments jusqu'à stabilisation de la masse. Les intervalles de temps étudiés, exprimés en heures (h), sont les suivants : 0, 2, 7, 14, 24, 32, 48, 58, et 70. La figure 77 présente un suivi photographique d'un échantillon représentatif pendant les premières 24 heures (h). La figure 78 schématise et résume la démarche suivie pour l'évaluation du retrait diamétral.



Figure 77 : Suivi photographique d'un échantillon représentatif pendant les premières 24 heures (épaisseur 7 mm)



Figure 78 : Schématisation de la démarche suivie pour l'évaluation du retrait diamétral

4.2.1. Conditions environnementales étudiées

Les onze formules présentées dans la partie matériaux et formulations de ce chapitre ont été examinées : SC ; REF ; +SP ; +CR ; +EA ; +AC ; OPT ; -SP ; -CR ; -EA ; -AC. Le retrait de ces formules a été étudié dans les boîtes de 7 mm et de 14 mm d'épaisseur, sous des conditions de température et d'humidité relative contrôlées, dans une enceinte climatique maintenue à 20 °C et $50\text{ \%}$ d'humidité.

Afin d'étudier l'impact des conditions environnementales sur le fonctionnement du compensateur de retrait (CR), ainsi que sur l'amplitude et la cinétique du retrait, les quatre formules préparées avec différentes concentrations de CR et les dosages optimaux des autres additifs, ont été soumises à des variations contrôlées de température et d'humidité dans les boîtes de 7 mm d'épaisseur seulement.

Les conditions environnementales comprenaient des combinaisons spécifiques de températures et d'humidité relative, avec des températures de 10, 20 et 30 °C , et des niveaux d'humidité de 20, 50 et $80\text{ \%}$. Toutefois, la réalisation des tests à 10 °C avec $20\text{ \%}$ d'humidité relative n'a pas été réalisable en raison des limitations techniques de l'enceinte climatique. Pour chaque formule étudiée, trois échantillons ont été testés et les résultats présentés correspondent aux moyennes des mesures. L'écart type des trois échantillons est très faible, de l'ordre de 3 mm à la limite supérieure de l'incertitude. En raison du faible écart entre les valeurs de retrait des différents échantillons d'une formule étudiée, les barres d'erreur ne sont pas visibles sur les représentations graphiques. En fait, la hauteur des symboles utilisés sur les graphiques pour distinguer une formule d'une autre est supérieure à la valeur de l'erreur obtenue.

4.3. Résultats

4.3.1. Variation du volume par pesée hydrostatique

4.3.1.1. Formule optimale et formule de référence

L'ajout de compensateur de retrait (CR) dans la composition de l'enduit entraîne un gonflement induit par la réaction de l'aluminium avec l'eau et la chaux, produisant des bulles de gaz. La méthode de pesée hydrostatique permet de mesurer la totalité du gonflement potentiel dans des conditions sans séchage. Les données obtenues par cette méthode ne servent pas à la comparaison avec le retrait à l'air libre, mais fournissent plutôt une indication sur l'amplitude et la cinétique de gonflement entraîné par cet additif. La compréhension du fonctionnement du CR permet d'appréhender son effet sur le retrait. La figure 79 présente les variations de volume de la formule de référence (REF) et de la formule optimale (OPT) en fonction du temps, sur une durée de 48 heures.

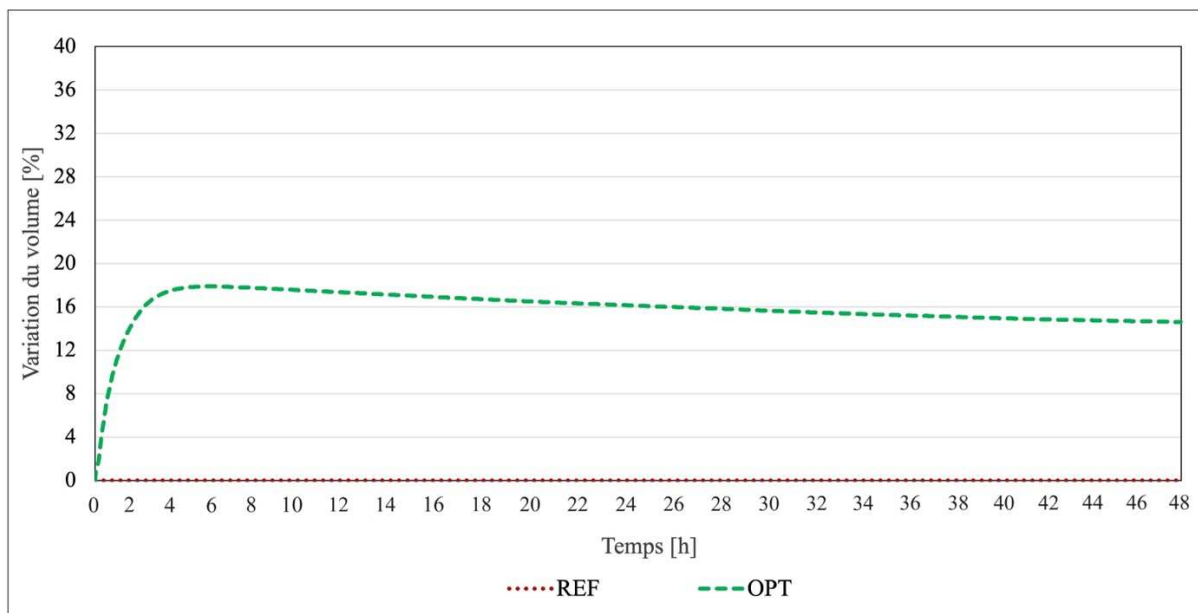


Figure 79 : Les variations de volume par pesée hydrostatique de la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT) en fonction du temps

Dans la formule de référence (REF), aucun gonflement n'a été mesuré. Cette observation est conforme à ce qui était attendu, car cette formule ne contient ni additifs ni constituants susceptibles d'entraîner une augmentation de volume. Cependant, une très faible diminution de volume est observée, atteignant -0,8 % après 48 heures. Cette faible diminution de volume pourrait être due à un retrait d'auto-dessiccation liée à la réaction pouzzolanique. Néanmoins, ceci est considéré comme non significatif en comparaison avec le comportement des autres formules car l'objectif des mesures est de s'intéresser au comportement de l'additif CR. Concernant la formule optimale (OPT), qui intègre 0,22 % de CR, un gonflement est observé immédiatement dès le début de l'essai et continue pendant une durée d'environ quatre heures. Cette augmentation de volume, qui atteint un maximum de 18 %, est

attribuable à l'effet de compensateur de retrait (CR) qui produit des bulles d'air dans la matrice de l'enduit. Une fois le gonflement maximal atteint, une très légère diminution de volume est observée avec le temps. En effet, le gonflement entraîné par l'action du compensateur de retrait (CR) exerce une pression sur les parois de la membrane en caoutchouc, ce qui peut causer une légère diminution de volume au fil du temps par plusieurs facteurs : une micro-fuite de gaz, due soit à la membrane qui n'est pas totalement imperméable aux gaz, soit à un défaut de fermeture réalisé avec un nœud ; et/ou une force de rappel, résultant de l'élasticité intrinsèque de la membrane qui tend à revenir à sa position initiale.

4.3.1.2. Effet de la concentration de CR

Afin de déterminer l'impact de la concentration du compensateur de retrait sur l'amplitude et la cinétique de gonflement, quatre concentrations de CR ont été testées à une température de 20 °C. La figure 80 illustre la variation du volume des formules avec 0 % CR (formule -CR) ; 0,11 % CR ; 0,22 % CR (formule OPT) ; et 0,44 % CR, en fonction du temps sur une durée de 48 heures.

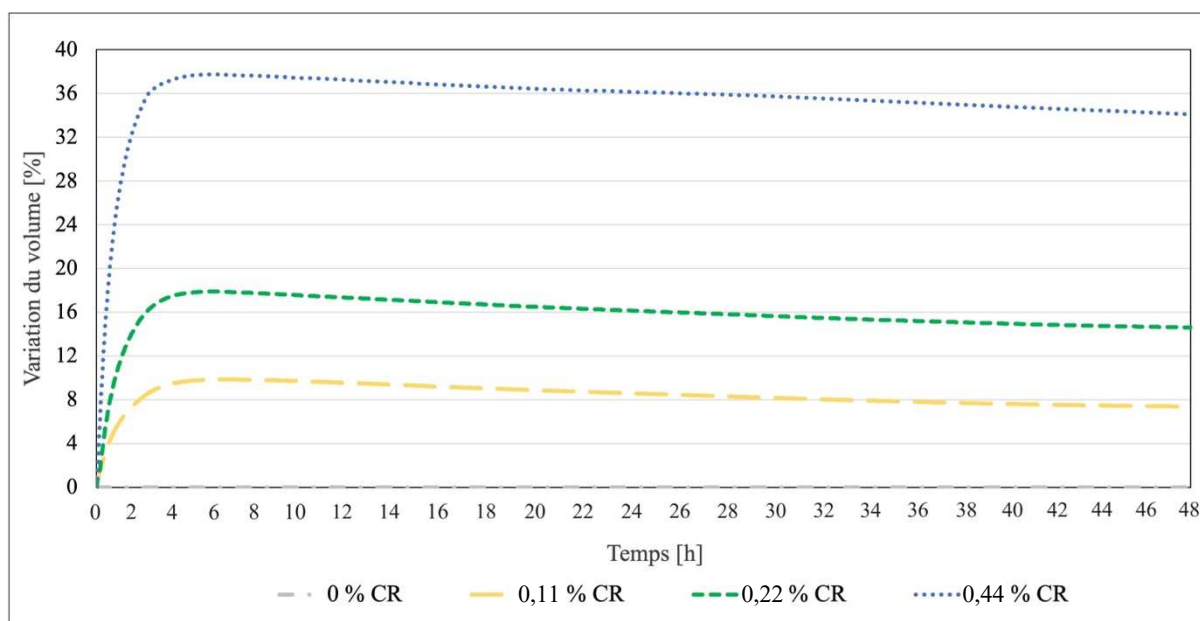


Figure 80 : Les variations de volume par pesée hydrostatique des formules : 0 % CR (formule -CR), 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), et 0,44 % CR

Pour toutes les concentrations de CR étudiées, la durée nécessaire pour atteindre le gonflement maximal est la même, soit environ quatre heures. Cependant, l'amplitude du gonflement est directement proportionnelle à la concentration en CR. Pour une concentration de 0,11 % de CR, un gonflement d'environ 10 % est observé ; à 0,22 % de CR, le gonflement atteint environ 18 % ; et à 0,44 % de CR, le gonflement s'élève à environ 38 %. Cette relation entre la concentration de CR et l'amplitude du gonflement est attribuable au processus chimique de la réaction initiée par le compensateur de retrait

(CR). Lorsque la concentration du réactif actif (CR) est doublée, la réaction produit environ le double de bulles de gaz, ce qui se traduit par un gonflement plus important. Ainsi, une augmentation linéaire de la concentration de CR entraîne une augmentation quasi proportionnelle de la production des composés responsables du gonflement.

Les courbes des différentes formules indiquent que la réduction de volume qui suit l'atteinte du pic de gonflement tend à être plus prononcée lorsque la concentration du compensateur de retrait (CR) est plus élevée. Une réduction de volume de l'ordre de 4 % est observée pour la formule contenant 0,44 % de CR, tandis que les formules contenant respectivement 0,22 % et 0,11 % de CR présentent des réductions de volume avoisinant 3 % et 2 %. En effet, l'amplitude du gonflement est directement proportionnelle à la pression générée durant ce processus. Par conséquent, l'augmentation de l'amplitude du gonflement entraîne une plus grande chute de pression.

4.3.1.3. Effet de la température

Afin d'étudier l'influence de la température sur l'action du compensateur de retrait (CR), la formule OPT a été testée à des températures de 10 °C, 20 °C et 30 °C. La figure 81 présente les variations de volume de la formule optimale en fonction du temps, selon les trois températures étudiées, sur une durée de 48 heures.

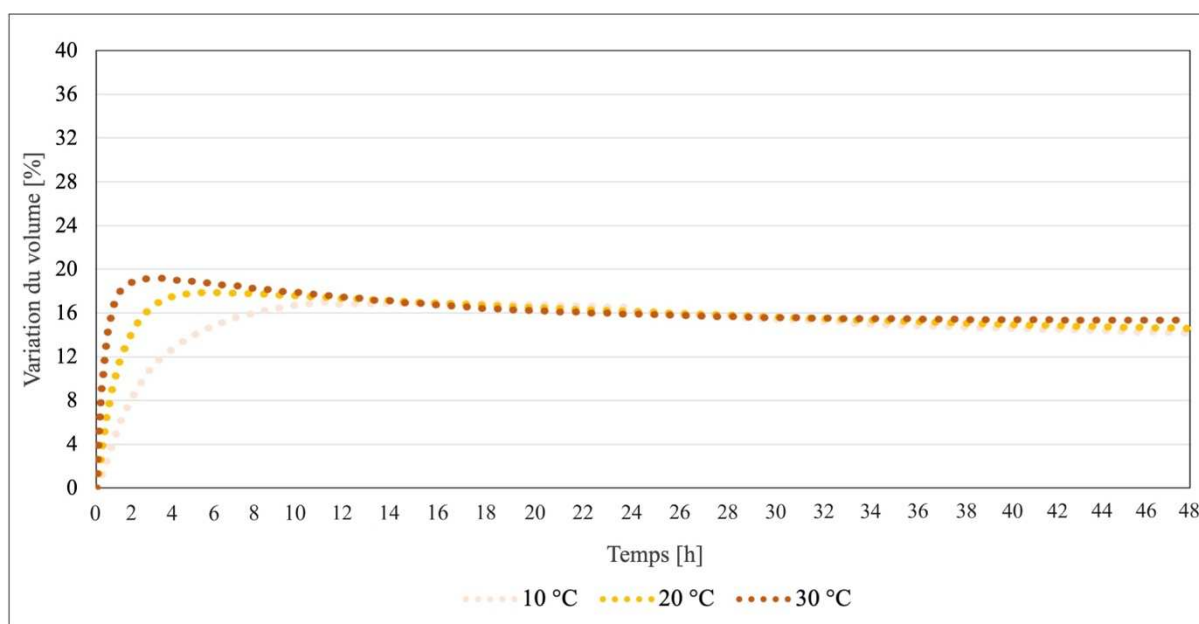


Figure 81 : Les variations de volume par pesée hydrostatique de la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT) en fonction du temps selon les températures étudiées

La température a un impact significatif sur la cinétique de gonflement. Les tests révèlent que le gonflement maximal est atteint après environ deux heures à 30 °C, quatre heures à 20 °C, et dix heures à 10 °C. Lorsque la température augmente, la réactivité du compensateur de retrait CR s'intensifie,

entraînant une accélération de la vitesse de réaction. Parallèlement, l'impact de la température sur l'amplitude du gonflement est relativement faible, avec une très légère intensification du gonflement lors de l'augmentation de la température. Ainsi, la température affecte principalement le fonctionnement du CR sur la vitesse de gonflement. De ce fait, la prise en compte de ce paramètre est essentielle lors de l'application de l'enduit pour déclencher les propriétés d'expansion les plus favorables.

4.3.2. Évaluation du retrait diamétral

4.3.2.1. Effet du type de granulat

Le principal problème de l'enduit formulé avec de la poudre de tuffeau réside dans son retrait important lors de la dessiccation. Pour quantifier ce phénomène et le comparer au retrait d'un enduit contenant la même proportion de chaux, mais formulé à base de sable calcaire, un granulat déjà utilisé et commercialisé par notre partenaire VEGA Industries, des mesures de retrait diamétral ont été réalisées. Ces mesures ont été effectuées pour les formules REF et SC sur des échantillons de 7 mm et 14 mm d'épaisseur, à une température de 20 °C et une humidité relative de 50 %. Ces deux formules diffèrent significativement en raison de leurs types de granulats, avec une demande en eau de 48 % pour la formule REF et de 24 % pour SC. Étant donné que la plus grande partie du retrait survient suite à l'évaporation de l'eau durant le séchage, la perte de masse liée à cette évaporation a également été mesurée. Le retrait diamétral et la perte de masse de ces deux formules en fonction du temps sont présentés à la figure 82 pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm.

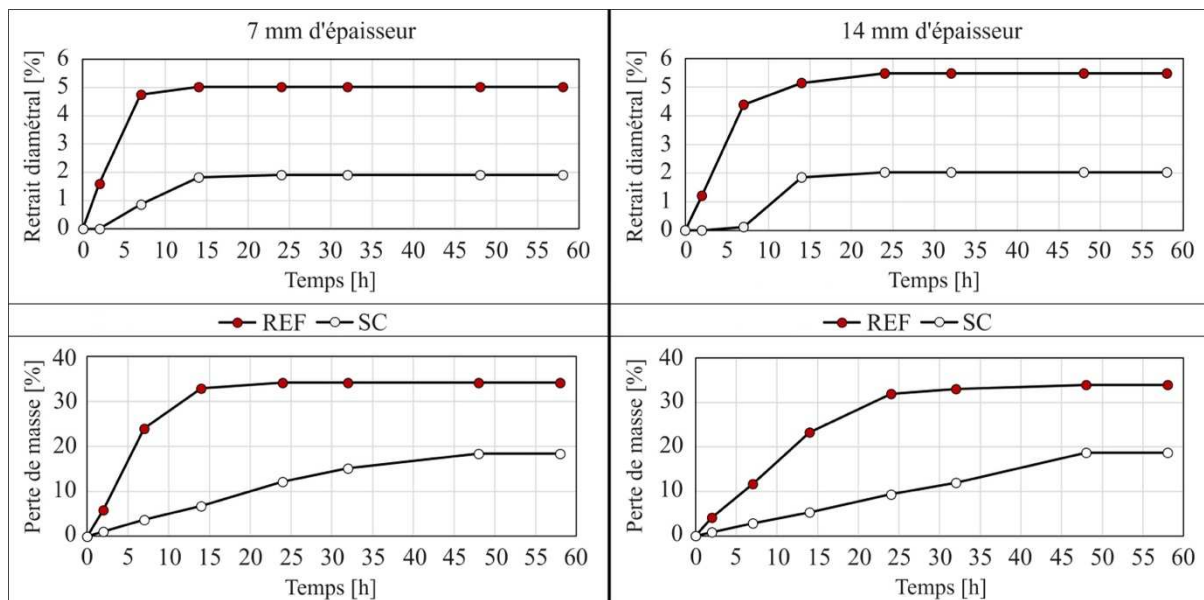


Figure 82 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps de la formule de référence (REF) et la formule sable calcaire (SC) pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm

Le retrait diamétral de la formule de référence atteint 5 %, tandis que la formule à base de sable calcaire présente un retrait de seulement 2 %. Cet important retrait de la formule sans additifs (REF) est attribué aux propriétés du granulat utilisé (poudre de tuffeau), caractérisé par une grande porosité et une proportion importante de particules fines qui a une demande en eau très importante. L'effet de l'épaisseur sur le retrait diamétral de ces deux formules est minime ; les mesures indiquent un retrait du même ordre pour les épaisseurs de 14 mm et de 7 mm. Cependant, un léger retard dans la vitesse de séchage est constaté pour les échantillons de 14 mm par rapport à ceux de 7 mm, en raison de leur plus grande épaisseur. La perte de masse finale observée pour la formule SC correspond à environ 50 % de celle mesurée pour la formule REF, une différence qui résulte du fait que la demande en eau de la formule SC est inférieure de moitié à celle de la formule de référence. Cependant, bien que la demande en eau soit nettement inférieure pour la formule SC, le processus d'évaporation de l'eau dans cette formulation s'étend sur une période plus longue par rapport à celle de la formule REF. En effet, la densité apparente de la formule SC est de $1,88 \text{ g/cm}^3$, tandis que celle de la formule REF est de $1,6 \text{ g/cm}^3$. Une densité plus élevée est due à une porosité réduite ce qui limite le transfert hydrique et prolonge par conséquent le temps de séchage. Il est intéressant de noter que le retrait mesuré par la rétraction des frontières de la galette se stabilise bien avant la perte de masse. Cela signifie qu'au-delà d'une certaine perte d'eau par séchage, l'enduit perd vraisemblablement son comportement plastique, et le retrait ne se traduit plus par un effet macroscopique.

4.3.2.2. Effet des additifs

La formule optimale (OPT) obtenue à partir de la formule de référence (REF) par l'ajout d'additifs présente un retrait significativement plus faible lorsque l'enduit est appliqué à une épaisseur d'environ 5 mm. Cette amélioration de la composition empêche efficacement la formation de fissures après durcissement de l'enduit (figure 83). Afin de quantifier ce changement dans la grandeur du retrait, le retrait diamétral des formules REF et OPT a été mesuré sur des échantillons de 7 et 14 mm d'épaisseur à une température de 20 °C et niveau d'humidité relative de 50 %. De plus, la perte de masse liée à l'évaporation de l'eau durant le séchage a également été mesurée. Le retrait diamétral et la perte de masse de ces deux formules en fonction du temps sont présentés à la figure 84 pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm.

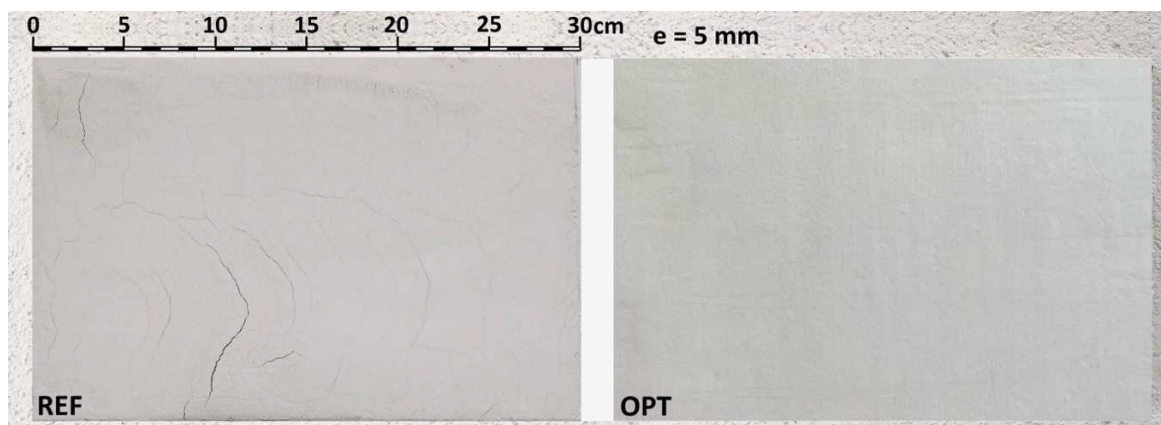


Figure 83 : La formule de référence (REF) [15 % chaux aérienne et 85 % poudre de tuffeau] et la formule optimale (OPT) [15 % chaux aérienne, 85 % poudre de tuffeau, 2,5 % SP, 0,22 % CR, 0,1 % EA et 0,1 AC] après 24 heures de durcissement sur un support en bois peint

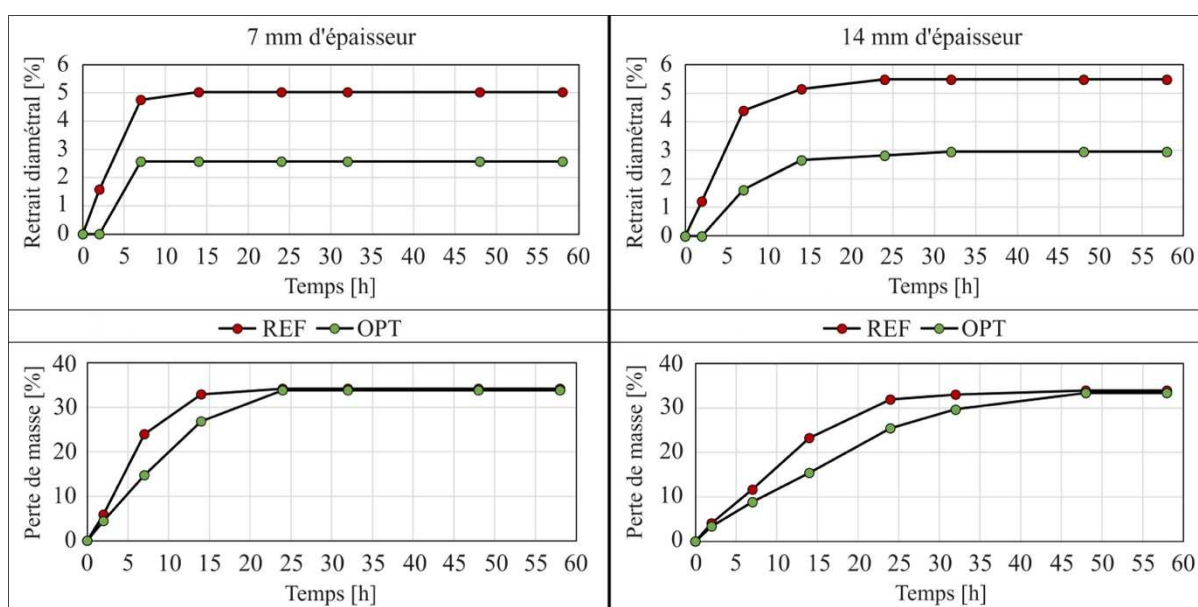


Figure 84 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps de la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT) pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm

La formule optimale (OPT) présente une réduction significative du retrait diamétral par rapport à la formule de référence, passant d'environ 5 % à 2,5 %. Cette réduction de 50 % est principalement attribuable à l'intégration du compensateur de retrait dans la composition de l'enduit. Cependant, même pour la formule OPT, un retrait persiste toujours, mais ce retrait n'est pas assez important pour initier la formation de fissures à la surface de l'enduit durci. L'amélioration de la formule REF par l'ajout d'additifs a permis de limiter le retrait à une valeur proche de 2 %, ce qui correspond à l'ordre de retrait observé pour la formule préparée avec le sable calcaire, un granulat déjà commercialisé qui ne pose généralement pas de problème de retrait aussi significatif. Ainsi, le comportement de la formule OPT

est comparable à celui d'un enduit à base de sable calcaire qui a une demande en eau beaucoup plus faible : 48 % pour la formule OPT contre seulement 24 % pour la formule SC.

Il est notable qu'à une durée de séchage de deux heures, la formule OPT ne présente aucun retrait, contrairement à la formule REF qui montre déjà un début de retrait. Cette observation est attribuée au compensateur de retrait (CR) qui compense intégralement le retrait à ce stade, car il atteint quasiment son effet maximal à deux heures, comme révélé par les mesures de pesée hydrostatique. L'effet de l'épaisseur sur le retrait diamétral de ces deux formules est minime ; les mesures indiquent un retrait du même ordre mais légèrement supérieur pour les échantillons de 14 mm d'épaisseur comparé à ceux de 7 mm. En effet, l'augmentation de l'épaisseur ralentit la cinétique de séchage. Par conséquent, la période durant laquelle se manifeste le retrait est étendue. De plus, l'action du compensateur de retrait (CR) cesse après environ 4 heures.

Ces deux éléments combinés entraînent une perte de synchronisation entre le retrait et le gonflement, ce qui entraîne une légère augmentation de l'ampleur du retrait. La perte de masse finale des formules REF et OPT est identique, car la demande en eau des deux formules est la même, à une valeur de teneur en eau de 48 %. Cependant, la cinétique de perte de masse de la formule OPT est plus lente que celle de la formule REF, étant donné que la vitesse de l'évaporation de l'eau diffère en raison de l'ajout d'additifs qui modifient le réseau poreux. En effet, l'ajout de l'agent colloïdal réduit l'eau libre en créant des tensions superficielles où l'eau a plus de mal à partir et ralentit ainsi le processus de séchage. D'après l'analyse des courbes, la totalité du retrait se produit durant la première moitié du temps total nécessaire pour le séchage complet. Et, à la fin du retrait, seule la moitié de la perte totale de la masse d'eau évaporée est partie. La moitié du volume d'eau évacué est donc responsable de la totalité du retrait mesurable. Une fois que le retrait s'est stabilisé, le reste de la perte de masse résulte simplement de l'évaporation de l'eau faiblement liée présente dans les réseaux de pores secondaires qui ne contribue pas à la réduction du volume de l'échantillon. En effet, d'après le changement de couleur de l'enduit (cf. figure 77), l'éclaircissement de l'enduit se produit généralement à la fin du changement volumique mesurée. Cet éclaircissement est lié à la déconnection hydraulique dans le réseau poreux principal témoignant de la fin de la vidange des pores capillaires. La perte de masse suivante résulte d'une vidange de certains pores internes via un transfert en phase vapeur [15].

4.3.2.2.1 Effet de chaque additif seul à la formule de référence

L'incorporation de chaque additif dans la formulation de l'enduit de référence entraîne des modifications sur sa structure et ses performances. Par conséquent, l'ampleur du retrait et sa cinétique varient en fonction de la nature de l'additif ajouté. Pour différencier et quantifier l'effet de l'ajout de chacun des additifs sur le retrait diamétral et la vitesse de séchage de l'enduit de référence, cinq formules ont été testées à deux différentes épaisseurs, 7 et 14 mm à une température de 20 °C et niveau d'humidité

relative de 50 %. Ces formules comprennent la formule de référence (REF) contenant aucun additif, ainsi que quatre autres formules, chacune élaborée en ajoutant un seul additif à REF. Le retrait diamétral et la perte de masse de ces cinq formules en fonction du temps sont présentés à la figure 85 pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm.

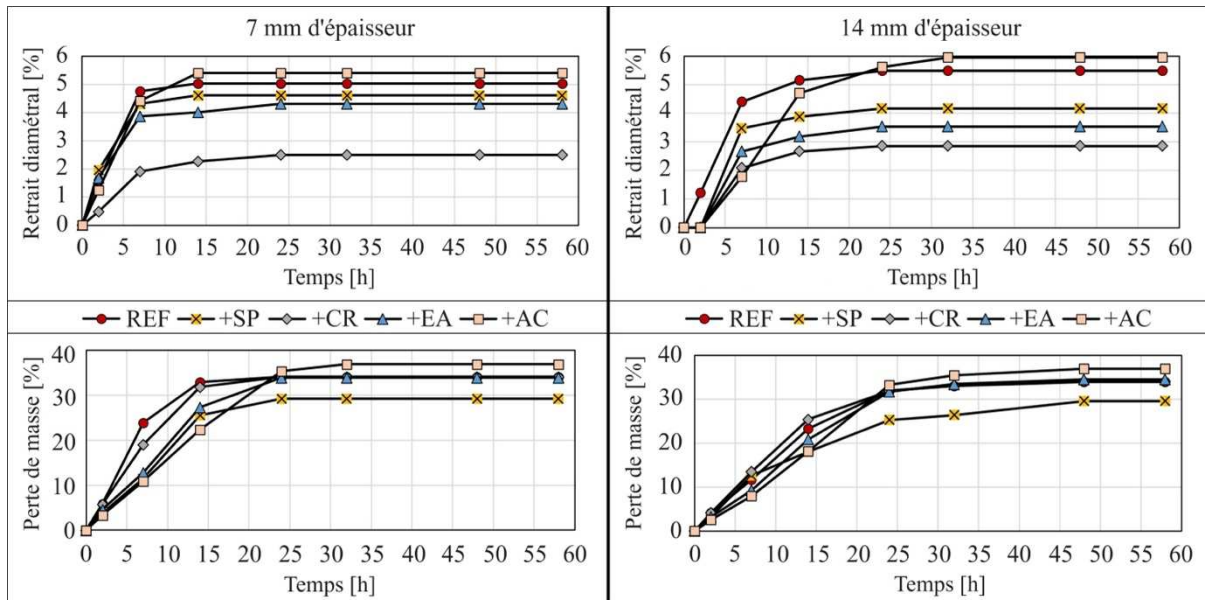


Figure 85 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules REF, +SP, +CR, +EA et +AC pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm

L'ajout de superplastifiant (SP) à la formule REF réduit la demande en eau de 48 % à 39 %. La formule +SP contient la plus faible teneur en eau, entraînant ainsi le moins d'évaporation et la perte de masse la plus faible. Malgré la réduction de la demande en eau par rapport à REF, la formule +SP entraîne seulement une légère diminution du retrait diamétral, passant d'environ 5 % à 4 %. Au début de l'étude, il était attendu que le superplastifiant (SP) aurait un effet majeur sur la réduction du retrait en diminuant la demande en eau. Cependant, son effet sur la réduction du retrait s'est avéré insuffisant. Bien qu'il soit possible de réduire davantage la demande en eau en augmentant la concentration de SP, cette approche, en plus de rester insuffisante pour limiter le retrait, entraîne des problèmes de consistance en réduisant fortement la maniabilité.

L'ajout du compensateur de retrait (CR) à la formule REF a un effet majeur sur le retrait diamétral, entraînant une réduction de moitié, de 5 % à environ 2,5 %. D'après les résultats de pesée hydrostatique, la majorité de gonflement induit par le compensateur de retrait (CR) se produit principalement entre 30 minutes et 2 heures, alors qu'une grande partie du retrait, provoquée par l'évaporation de l'eau, se poursuit jusqu'à 10 heures. Il n'y a donc pas une bonne synchronisation entre le retrait et le gonflement. Un autre type de CR, qui commence son gonflement entre 2 et 3 heures et continue jusqu'à 8 à 10 heures, aurait un meilleur effet sur le retrait en raison d'une meilleure synchronisation entre les deux phénomènes. Cependant, au dosage optimal de CR, la réduction du retrait, même si non totale, suffit à

empêcher l'apparition des fissures. Une concentration plus élevée de CR pose des problèmes au niveau des performances mécaniques et entraîne l'apparition de bulles de gaz à la surface de l'enduit, lui donnant un aspect disgracieux.

L'incorporation de l'entraîneur d'air (EA) dans la composition de la formule REF entraîne une légère diminution du retrait, qui passe de 5 % à environ 4 %. Cette diminution est attribuable à la capacité de l'EA à générer des microbulles d'air au sein de la matrice de l'enduit [68 - 70]. Ces microbulles modifient la structure interne et créent des zones de retrait libre, réduisant ainsi les contraintes internes lors de la phase de séchage.

Concernant la perte de masse, les formules +CR et +EA sont préparées avec quasiment la même demande en eau que la formule REF (48 %). Par conséquent, la perte de masse finale de ces trois formules est identique. Cependant, bien que la demande en eau de ces trois formules soit quasiment identique, la vitesse de perte de masse diffère. L'ajout de EA génère des porosités fermées qui modifient le réseau poreux, rendant la circulation de l'eau plus difficile et diminuant ainsi significativement la vitesse de séchage. Le CR a un effet similaire mais moins prononcé, car la quantité de bulles d'air produite est moins importante et survient progressivement, contrairement à EA, où l'effet est immédiat. De plus, la formule REF contient une plus grande quantité d'eau libre comparativement à ces deux autres formules. L'ajout de l'agent colloïdal (AC) dans la formule REF augmente considérablement la demande en eau, passant de 48 % à 55 %, ce qui entraîne une légère augmentation du retrait diamétral et une perte de masse finale plus importante. Cependant, en raison de son action, l'agent colloïdal (AC) ralentit la vitesse de séchage au départ. En effet, AC est composé de longues chaînes moléculaires qui se fixent à la surface de l'eau. Les particules proches de ces chaînes génèrent des forces d'attraction qui limitent le mouvement de l'eau, conduisant ainsi à une augmentation de la viscosité [73]. De plus, la demande en eau plus élevée de cette formule contribue au ralentissement de la vitesse de séchage.

Globalement, l'effet de l'épaisseur sur la variation d'amplitude du retrait diamétral de ces cinq formules est minime ; les mesures indiquent un retrait du même ordre pour les épaisseurs de 14 mm et de 7 mm. À l'exception de la formule +EA, où le retrait observé est de 3,5 % pour l'épaisseur de 14 mm et de 4,2 % pour l'épaisseur de 7 mm. Cette diminution de retrait est due à la méthode d'application des échantillons, qui inclut l'utilisation d'une taloche écrasant une partie de l'air entraîné par l'EA. Par conséquent, lorsque l'épaisseur augmente, le pourcentage d'air comprimé par cet outil devient moins important. Ceci permet de conserver une plus grande quantité de bulles d'air dans la matrice de l'enduit, résultant en une proportion plus grande de zones sans retrait. Attention, l'absence d'effet de l'épaisseur sur le retrait mesuré par réduction de la surface de la galette (sans adhésion au support) ne doit pas être étendu au comportement d'un enduit appliqué sur un support adhérent, qui empêche le libre déplacement de la matière et donc s'oppose au retrait. En effet, sur un support adhérent, l'épaisseur joue un rôle majeur sur la fissuration de retrait car plus l'enduit est épais, plus le séchage demande du temps.

4.3.2.2.2 Exclusion d'un additif de la formule optimale

L'enduit optimal, contenant tous les additifs, présente un retrait de dessiccation suffisamment faible pour que l'enduit ne développe aucune fissuration après son durcissement et son séchage. Pour évaluer l'effet de l'exclusion de chaque additif de la formule optimale, cinq formules ont été testées à deux différentes épaisseurs, 7 et 14 mm à une température de 20 °C et niveau d'humidité relative de 50 %. Ces formules comprennent la formule optimale (OPT) et quatre autres formules, chacune élaborée en retirant un seul additif à OPT. Le retrait diamétral et la perte de masse de ces cinq formules en fonction du temps sont présentés à la figure 86 pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm.

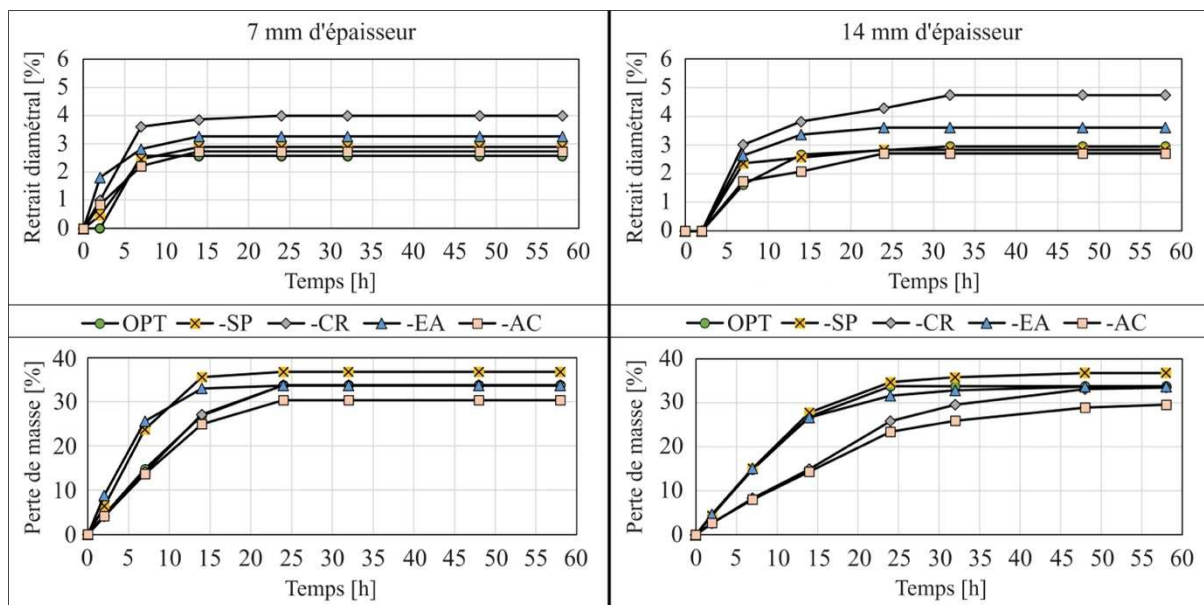


Figure 86 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules OPT, -SP, -CR, -EA et -AC pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm

L'exclusion du compensateur de retrait (CR) de la formule OPT entraîne une augmentation significative du retrait diamétral, qui passe de 2,5 % à 4 %. Ce résultat démontre le rôle prépondérant du CR dans la régulation du retrait, rendant cet additif indispensable pour maintenir le retrait dans les limites acceptables. L'élimination de l'entraineur d'air de la formule OPT entraîne une légère augmentation du retrait diamétral, qui passe de 2,5 % à environ 3 %, en supprimant les bulles d'air supposées capables de réduire les tensions générées par le retrait durant le séchage (voir effet inverse dans le graphique précédent).

L'exclusion du superplastifiant (SP) ou de l'agent colloïdal (AC) de la formule OPT entraîne un effet négligeable sur l'ampleur du retrait. Cette observation relative au SP confirme que cet additif a un effet mineur sur le retrait. Pour la formule -SP, la demande en eau augmente de 48 % à 56 % par rapport à la formule OPT. Cette augmentation de la teneur en eau entraîne une perte de masse finale plus importante. De même, pour la formule -AC, la demande en eau passe de 48 % à 39 % par rapport à la

formule OPT. Cette diminution de la teneur en eau entraîne une perte de masse finale plus faible. Les formules -CR et -EA sont préparées avec la même demande en eau que la formule OPT (48 %).

Par conséquent, la perte de masse finale de ces trois formules est identique. Cependant, bien que la demande en eau de ces trois formules soit identique, la vitesse de perte de masse varie en fonction de la structure interne de la formule et du degré de liaison de l'eau, qui détermine sa capacité à s'évaporer plus ou moins facilement au sein de la matrice de l'enduit. De manière globale, l'influence de l'épaisseur sur le retrait diamétral observé dans ces cinq formulations est marginale. Les données révèlent que le retrait diamétral sur support non adhérent est comparable entre les échantillons de 14 mm et ceux de 7 mm d'épaisseur.

4.3.2.3. Effet des conditions environnementales

Pour évaluer l'influence des conditions environnementales (la température et l'humidité) sur le retrait et l'efficacité du compensateur de retrait (CR), quatre formules contenant différentes concentrations de CR et les dosages optimaux des autres additifs ont été testées : 0 % CR (formule -CR) ; 0,11 % CR ; 0,22 % CR (formule OPT) ; 0,44 % CR. Les températures testées étaient de 10, 20 et 30 °C, et les niveaux d'humidité de 20, 50 et 80 %. Le retrait diamétral et la perte de masse des formules étudiées en fonction du temps et selon les conditions de température et d'humidités choisies sont présentés dans les figures 87 à 89. Le retrait diamétral de cette série de formules a été évalué uniquement sur des échantillons de 7 mm d'épaisseur.

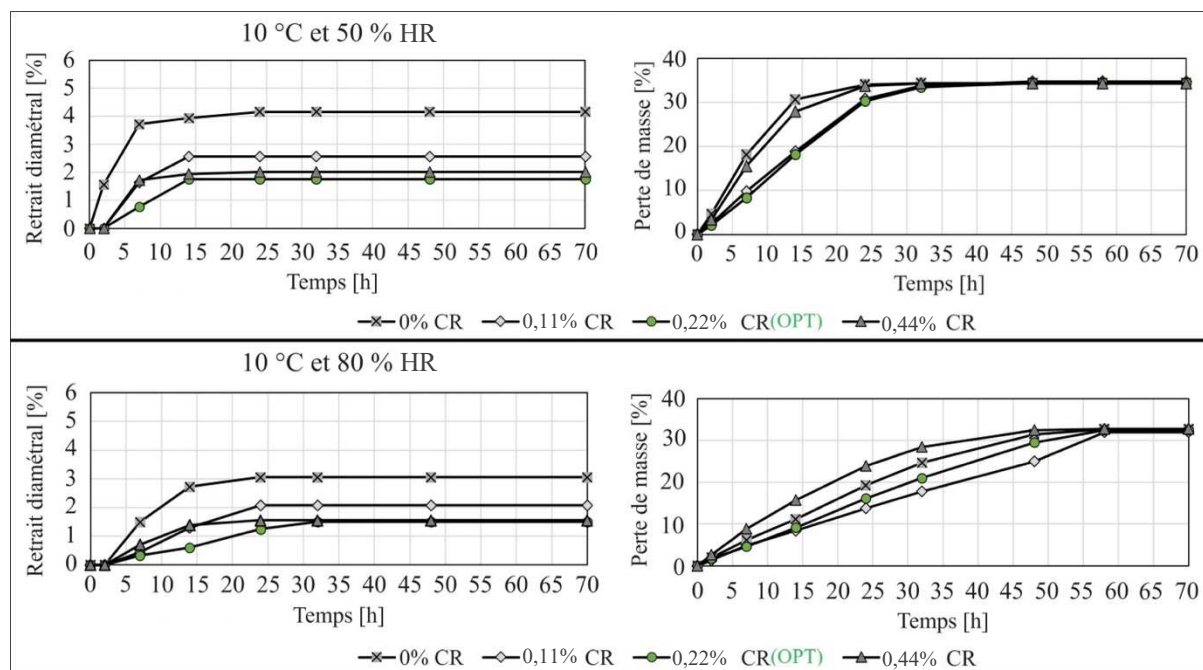


Figure 87 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR à une température de 10 °C et différents niveaux d'humidité

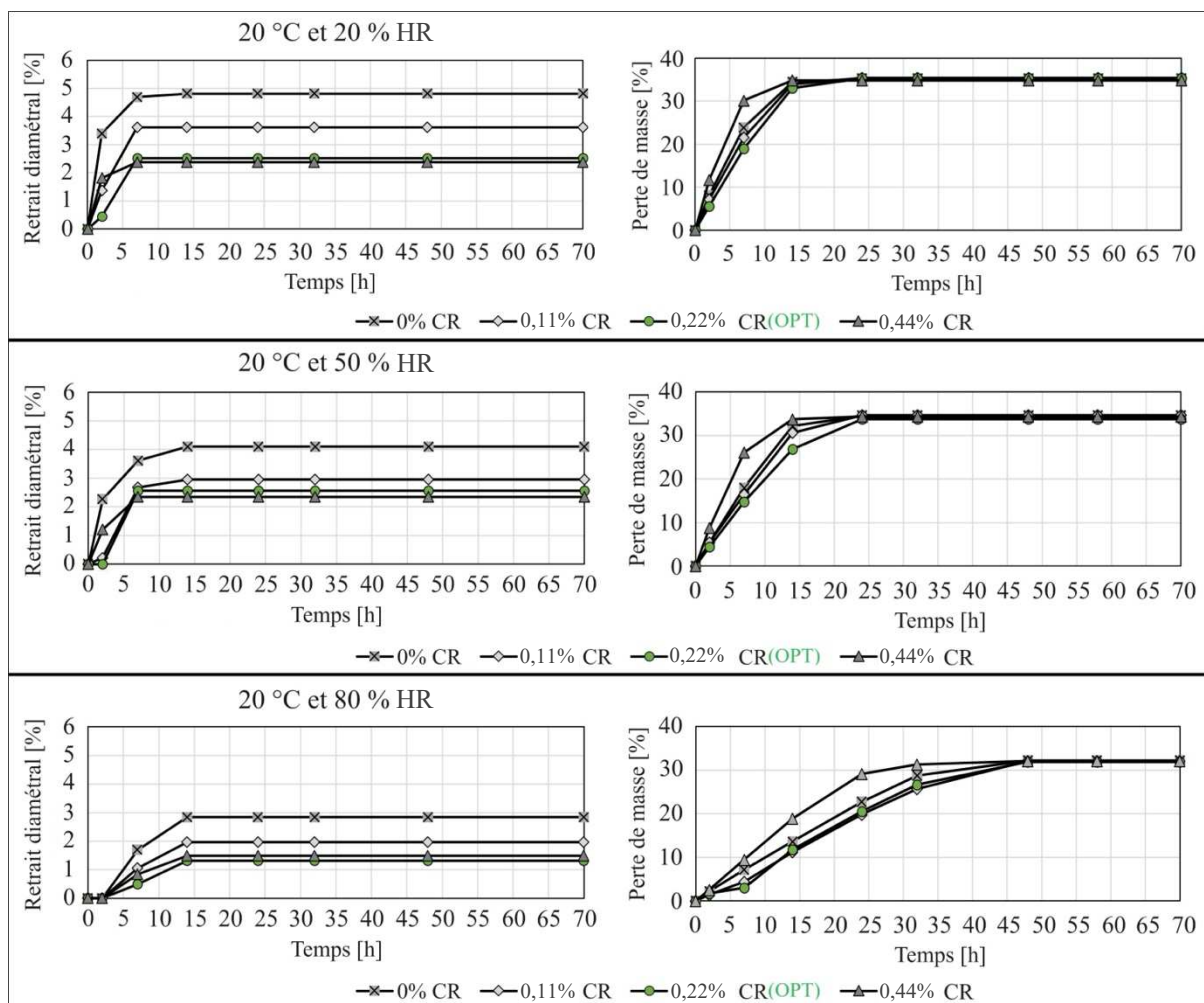


Figure 88 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR à une température de 20 °C et différents niveaux d'humidité

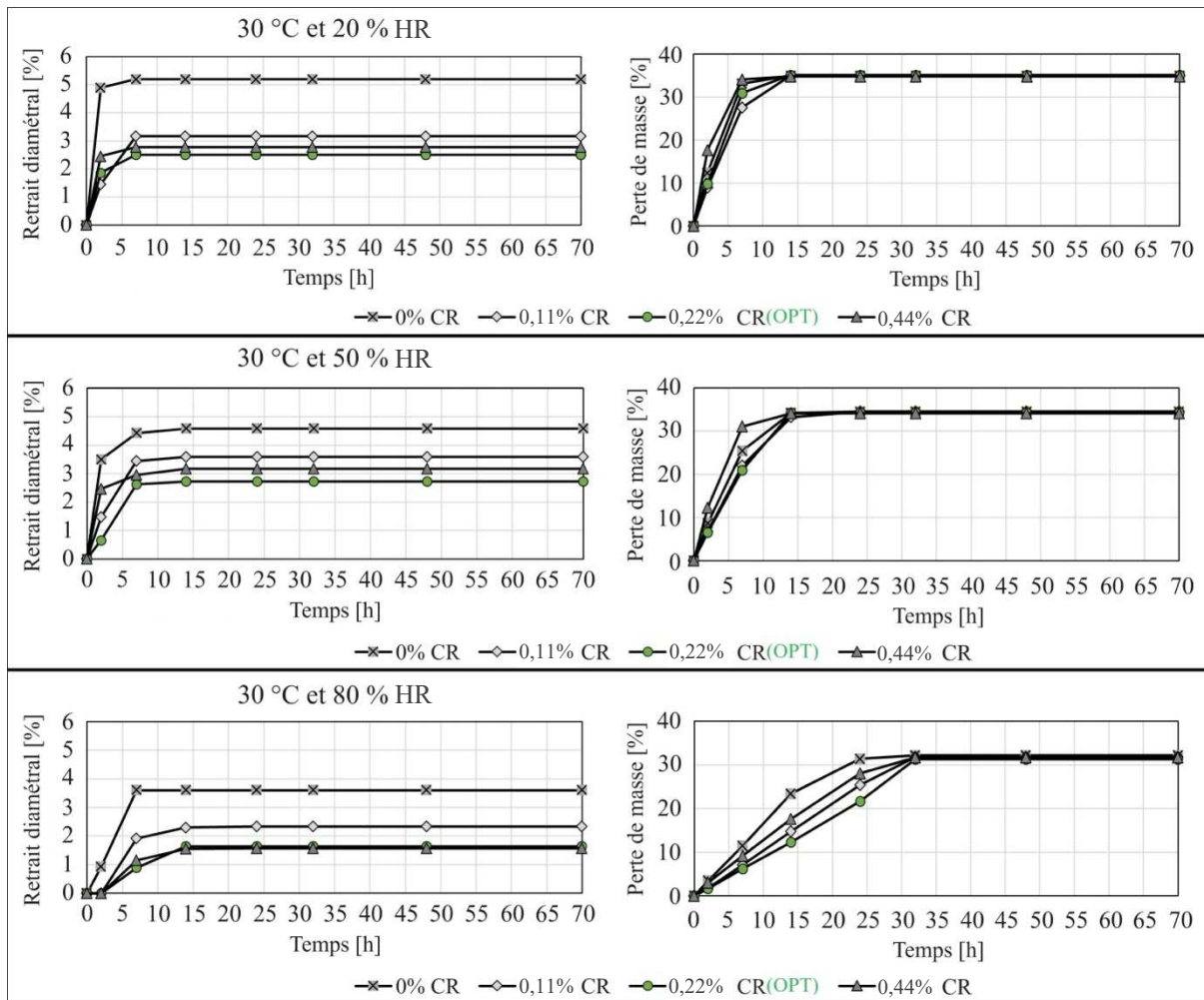


Figure 89 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR à une température de 30 °C et différents niveaux d'humidité

À une température de 10 °C et un niveau d'humidité de 50 %, la formule OPT présente une diminution du retrait diamétral par rapport aux conditions de référence (20 °C et 50 % d'humidité), passant de 2,5 % à un peu moins de 2 %. Cette réduction est principalement attribuée au changement de l'action du compensateur de retrait (CR). En effet, selon les données obtenues par pesée hydrostatique, le gonflement persiste jusqu'à 10 heures à 10 °C, contre seulement 4 heures à 20 °C. Ainsi, cette prolongation du processus de gonflement favorise la synchronisation entre le retrait et le gonflement. La synchronisation entre ces deux phénomènes conduit à une diminution des contraintes dues aux variations de volume au sein du matériau, empêchant ainsi la formation de fissures. À la même température, l'augmentation du niveau d'humidité à 80 % entraîne une réduction supplémentaire du retrait diamétral de la formule OPT, passant d'environ 2 % à 50 % d'humidité à 1,5 %. En plus de l'amélioration de l'efficacité du CR à cette température, l'augmentation de l'humidité relative ralentit significativement la vitesse de séchage de l'enduit et puisque le retrait est principalement causé par l'évaporation de l'eau, l'extension de la période durant laquelle ce retrait se produit permet au matériau de gagner en résistance et d'améliorer ses performances. Dans des conditions sèches à 20 °C et 20 %

d'humidité relative, la formule OPT présente un retrait de même ordre que dans les conditions de référence, cependant, ce retrait survient plus rapidement. Comme il a été démontré précédemment, le gonflement persiste jusqu'à environ 5 heures à 20 °C. Par conséquent, l'effet de CR est plus efficace à 20 % d'humidité, étant donné que la majorité du retrait se produit également à 5 heures, permettant ainsi une meilleure synchronisation entre les deux phénomènes. Toutefois, la rapidité du séchage à 20 % d'humidité représente un désavantage pour l'enduit, car il ne dispose pas d'assez du temps pour faire sa prise et monter en résistance.

De manière globale, les deux effets combinés contribuent à une performance satisfaisante de l'enduit. À une température de 20 °C, l'augmentation du niveau d'humidité à 80 % entraîne une réduction du retrait diamétral de la formule OPT, passant de 2,5 % à environ 1,5 %. Cela confirme une fois de plus que les conditions de forte humidité sont les plus favorables pour l'enduit. Dans des conditions de 30 °C et 20 % d'humidité, la formule OPT présente un retrait diamétral d'environ 2,5 %. Même à la température la plus élevée étudiée, l'augmentation du niveau d'humidité à 80 % entraîne une réduction du retrait diamétral de la formule OPT, passant de 2,5 % à environ 1,5 %.

L'analyse de la formule dépourvue de CR (formule 0 % CR) permet d'interpréter l'impact direct des conditions ambiantes sur le retrait du matériau en excluant l'effet de CR. Cette formule révèle une plus grande sensibilité à la température comparée à la formule OPT, avec une augmentation significative et proportionnelle du retrait en réponse à l'élévation de la température. L'augmentation de l'humidité relative entraîne un effet bénéfique sur les performances de cette formule en réduisant le retrait. Néanmoins, même dans les conditions les plus favorables à 10 °C et 80 % d'humidité, le retrait diamétral atteint 3 %, un taux qui demeure important et risque d'être dommageable pour l'enduit.

Sous la plupart des conditions climatiques étudiées, la réduction de moitié de la concentration de CR dans la formule OPT (formule 0,11 % CR) ne permet pas de réduire le retrait de manière satisfaisante, avec un retrait diamétral compris entre 3 % et 4 %. Seules les conditions de forte humidité (80 %) et de faible température (10 °C) permettent d'obtenir un retrait diamétral dans les limites plus acceptables, entre 2 % et 2,5 %. Ainsi, cette concentration de CR s'avère insuffisante pour présenter un retrait minimal et non dommageable sous une grande variété de conditions climatiques.

L'utilisation d'une concentration de CR double de la formule OPT (formule 0,44 % CR) présente dans toutes les conditions climatiques étudiées des valeurs de retrait diamétral du même ordre que celles de la formule OPT (avec 0,22 % de CR). En effet, selon les données obtenues par pesée hydrostatique, l'amplitude du gonflement avec 0,44 % de CR double par rapport à 0,22 % de CR. Cependant, la grande majorité du gonflement généré par le CR se produit très rapidement, en moins de deux heures, soit à un moment où le séchage vient de commencer, avec une perte de masse relativement faible et un retrait peu important.

Par conséquent, le gonflement observé dans les premières deux heures se manifeste principalement en hauteur du fait des bordures de la boîte, ce qui ne contribue pas à réduire d'avantage le retrait diamétral. Cette observation indique que l'augmentation de la concentration de CR n'a pas d'effet favorable sur le retrait diamétral. La vitesse de séchage de la formule à 0,44 % de CR est considérablement plus rapide, ce qui pourrait être expliqué par plusieurs facteurs : premièrement, une augmentation de la surface d'évaporation due à la génération de surfaces latérales supplémentaires, résultant de l'augmentation initiale de l'épaisseur par le gonflement en hauteur ; deuxièmement, un changement dans le régime de transfert d'eau, qui pourrait être engendré par la coalescence des nombreuses bulles d'air générant un système de macropores percolant au sein de la matrice de l'enduit, ce qui faciliterait la circulation de l'eau. Les formules contenant les différentes concentrations de CR sont préparées avec une demande en eau constante de 48 %, ce qui justifie le fait que leurs valeurs de pertes de masse finales soient quasiment identiques sous les différentes conditions climatiques étudiées.

En utilisant les données brutes de la perte de masse en fonction du temps, un coefficient décrivant la cinétique de séchage, exprimé en grammes par heure, a été calculé à partir de la pente des trois premiers points de la courbe associée à chaque formule et condition climatique étudiée. Subséquemment, le flux d'évaporation correspondant a été obtenu en rapportant ce coefficient à la surface d'évaporation. Ce flux d'évaporation est exprimé en grammes par centimètre carré par heure ($\text{g.cm}^{-2}.\text{h}^{-1}$). Pour synthétiser l'effet de la température et de l'humidité relative sur le retrait et la cinétique de séchage de la formule OPT, ainsi que sur les trois autres formules avec différentes concentrations de CR, et afin de faciliter l'analyse et la comparaison entre ces quatre formules, le retrait diamétral final et le flux d'évaporation de chaque formule, selon toutes les conditions climatiques étudiées, ont été assemblés dans les figures 90 et 91.

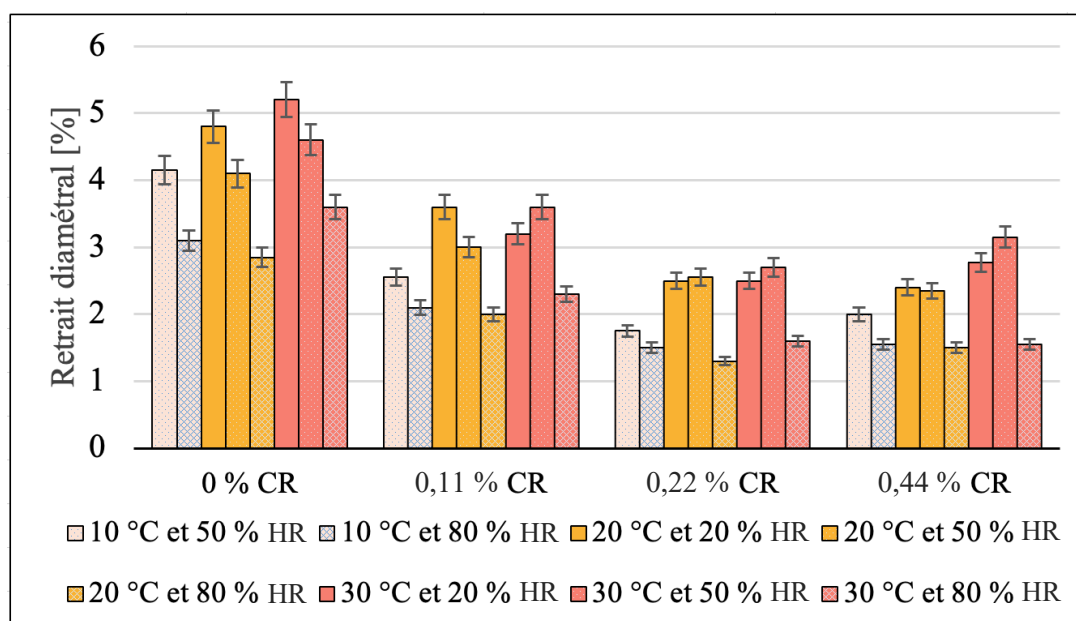


Figure 90 : Le retrait diamétral final des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR pour toutes les combinaisons de températures et d'humidité relative étudiées

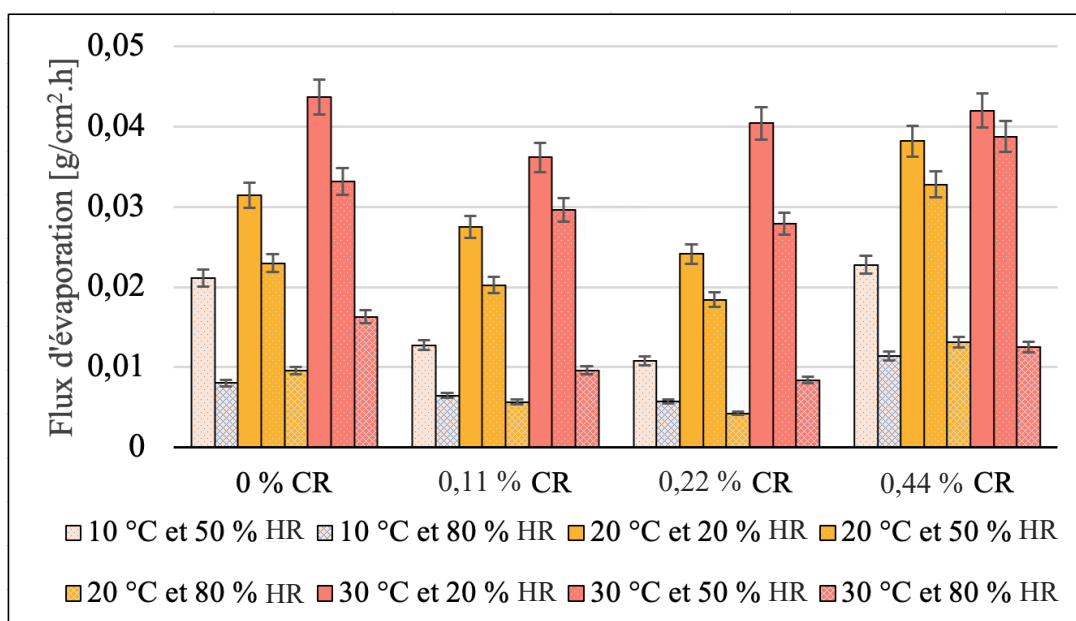


Figure 91 : Le flux d'évaporation des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR pour toutes les combinaisons de températures et d'humidité relative étudiées

Les données sur le retrait diamétral pour les différentes concentrations de CR montrent que l'augmentation de la concentration de CR réduit le retrait jusqu'à une concentration de 0,22 %. Cependant, augmenter davantage la concentration de CR à 0,44 % n'entraîne pas de réduction supplémentaire du retrait. Les conditions ambiantes exercent un effet significatif sur le retrait diamétral et la cinétique de séchage. La réduction de la température et/ou l'augmentation du niveau d'humidité relative se sont avérées favorables pour diminuer l'amplitude du retrait diamétral. La diminution de la température réduit la vitesse de séchage et améliore quelque peu la synchronisation entre le retrait de dessiccation et le gonflement induit par le CR. Cependant, l'impact de l'humidité relative sur l'ampleur du retrait s'est avéré nettement supérieur à celui de la température. La diminution du retrait est principalement due à un changement dans la cinétique de séchage, où le flux d'évaporation diminue avec la baisse de la température et diminue de manière plus significative avec l'augmentation de l'humidité. En effet, une cinétique de séchage plus lente est favorable pour l'enduit, car elle permet de prolonger la durée durant laquelle le retrait se produit, permettant à l'enduit de développer progressivement une résistance significative durant cette phase. Les conditions ambiantes optimales pour l'application de l'enduit sont celles avec des températures inférieures à 30 °C, mais surtout avec une grande humidité relative autour de 80 %.

Ce résultat concernant l'humidité confirme les données relatives au retrait du premier chapitre, qui indiquent que la cure humide où le matériau est maintenu sous un film plastique étanche avec une humidité proche de 100 %, en empêchant toute évaporation d'eau, constitue la condition la plus favorable pour l'enduit. Cependant, une humidité relative proche de 100 % ne représente pas les conditions réelles sur chantier. Néanmoins, il est possible de reproduire une humidité relative proche

de 80 % en installant une bâche pendant 1 à 2 jours, combinée à la vaporisation d'eau dans l'air pour occasionner des conditions environnementales favorables ce qui permet d'améliorer les performances de l'enduit. Il est ainsi recommandé d'éviter l'application de l'enduit en cas de forte chaleur et/ou de faible humidité.

4.4. Synthèse et apports de l'évaluation des variations volumiques

La méthode de pesée hydrostatique a permis de mesurer l'amplitude et la cinétique du gonflement induit par le compensateur de retrait. Le gonflement commence immédiatement après la fin du malaxage et se poursuit pendant environ quatre heures, avec un gonflement de 18 % pour la formule optimale. La concentration de CR ne modifie pas significativement la cinétique de gonflement. Cependant, l'amplitude du gonflement est directement proportionnelle à la concentration de CR. Par ailleurs, la température a un impact significatif sur la cinétique de gonflement. L'augmentation de la température intensifie la réactivité du compensateur de retrait CR, accélérant ainsi la vitesse de la réaction chimique. Le gonflement maximal est atteint en environ deux heures à 30 °C, quatre heures à 20 °C, et dix heures à 10 °C. La formule optimale (OPT) développée manifeste un retrait diamétral significativement plus faible, passant d'environ 5 % à 2,5 %. Cette diminution réduit le retrait à un niveau acceptable, limitant efficacement la formation de fissures durant le durcissement et le séchage de l'enduit. Ainsi, la formule optimale résout efficacement le problème de fissuration dû au retrait de dessiccation important de l'enduit à base de poudre de tuffeau. En effet, l'ajout des additifs permet de limiter le retrait diamétral à une valeur comparable à celle observée pour l'enduit formulé avec le sable calcaire, un granulat généralement considéré comme non problématique en termes de fissuration de retrait.

L'une des limitations observées concerne le défaut de synchronisation entre l'effet du compensateur de retrait (CR) et le retrait de dessiccation. Une partie significative du gonflement induit par le CR se fait alors que le séchage n'a pas encore d'effet sur le retrait, ce qui induit une perte d'efficacité globale. Un autre type de CR, débutant son action entre deux et trois heures et continuant jusqu'à huit à dix heures à 20 °C (deux à trois fois plus lent), pourrait présenter un meilleur effet sur le retrait grâce à une meilleure synchronisation entre les deux phénomènes.

L'ajout de superplastifiant (SP) et d'entraîneur d'air (EA) à la composition de la formule de référence (REF) entraîne une légère diminution du retrait, qui reste insuffisante pour empêcher seul la fissuration. L'intégration de l'agent colloïdal (AC) dans la composition de la formule REF entraîne une légère augmentation du retrait diamétral, due à l'augmentation de la demande en eau associée à cet additif. L'AC ralentit considérablement la vitesse de séchage en limitant le mouvement de l'eau au sein de la matrice de l'enduit. L'exclusion du CR de la formule optimale révèle son rôle prépondérant dans la régulation du retrait, soulignant ainsi la nécessité de cet additif pour maintenir le retrait dans des limites

acceptables. L'élimination du superplastifiant (SP) ou de l'agent colloïdal (AC) de la formule OPT entraîne un effet négligeable sur l'ampleur du retrait, ce qui démontre que le SP a un effet mineur sur la diminution du retrait.

Globalement, le retrait diamétral est du même ordre pour les échantillons de 14 mm et de 7 mm d'épaisseur. À l'exception de la formulation avec l'entraîneur d'air seul, où le retrait est plus faible pour les échantillons de 14 mm, en raison de la technique d'application à la taloche qui comprime une plus grande proportion de l'air entraîné dans les échantillons de plus faible épaisseur. L'analyse de l'effet des différentes concentrations de compensateur de retrait (CR) indique que cet additif diminue efficacement le retrait jusqu'à une concentration de 0,22 %, mais qu'au-delà de cette valeur, aucune réduction supplémentaire n'est mesurée. Les conditions climatiques, notamment la température et l'humidité auxquelles l'enduit est exposé, conditionnent la cinétique de séchage et le retrait. L'humidité relative pendant les premiers un à deux jours suivant l'application de l'enduit s'est avérée être le paramètre qui influence le plus le retrait. L'augmentation de l'humidité diminue le flux d'évaporation, permettant ainsi de prolonger la période durant laquelle le retrait se produit, ce qui contribue à ce que l'enduit développe une certaine résistance mécanique pour résister au retrait. L'impact de la température sur le retrait s'est avéré nettement inférieur à celui de l'humidité. La diminution de la température réduit le retrait en ralentissant la vitesse de séchage, ce qui permet une meilleure synchronisation entre le retrait de dessiccation et le gonflement induit par le CR. Ainsi, les conditions climatiques optimales pour l'application de l'enduit sont des températures inférieures ou égales à 20 °C, et surtout de hauts niveaux d'humidité relative, autour de 80 %. Il est recommandé d'éviter l'application de l'enduit dans des conditions météorologiques caractérisées par des températures élevées et/ou une faible humidité relative.

5. Adhérence à l'état durci

5.1. Mesure d'adhérence par traction directe

L'adhérence de différentes formulations d'enduit a été évaluée par des tests de traction directe à l'aide d'une presse. Un dispositif expérimental équivalent à celui prescrit par la norme NF EN 1015-12 a été utilisé pour réaliser les tests d'adhérence. Ce dispositif a été conçu initialement dans le cadre des recherches de Beck [17] pour l'évaluation de l'adhérence à l'état durci des mortiers de restauration à base de poudre de tuffeau. Le dispositif a également été utilisé dans des travaux de recherche de l'équipe Génie Civil au laboratoire Lamé à Orléans [186, 187]. Cette adaptation vise à faciliter la réalisation d'un nombre important d'échantillons de manière simultanée, tout en réduisant le temps de préparation nécessaire entre les essais. Le dispositif est composé de deux platines rotulées en aluminium qui sont vissées respectivement dans le capteur de force de la traverse et dans la base de la presse. La figure 92 représente un schéma de la méthode utilisée pour mesurer l'adhérence à l'état durci, en présentant les différents éléments constituant l'essai. Les matériaux constituant le support d'enduit sont découpés en échantillons de 5 cm de diamètre à l'aide d'une carotteuse diamantée, puis en échantillons de 1,5 à 2 cm d'épaisseur. L'enduit est appliqué sur son support à l'aide d'une petite taloche métallique sur une épaisseur de 5 mm, puis l'ensemble enduit-support est conservé dans une enceinte climatique maintenue à 20°C et 50 % d'humidité. La figure 93 illustre l'équipement utilisé en laboratoire pour mesurer l'adhérence et une série d'échantillons d'enduit sur le support en BA13 peint conservée dans l'enceinte climatique maintenue à 20°C et 50 % d'humidité. Après une maturation de 28 jours, la face supérieure de l'enduit est collée à une pastille en aluminium de 5 cm de diamètre, tandis que la face inférieure du support est collée à une seconde pastille identique, et cela en utilisant une résine forte pour prévenir le décollement au niveau de ces zones durant l'essai. L'ensemble est ensuite fixé sur les platines rotulées reliées à la presse afin de réaliser le test de traction directe. La platine rotulée inférieure reste immobile tandis que la platine supérieure se déplace vers le haut avec le mouvement de la traverse, à une vitesse de montée en charge contrôlée de 0,01 MPa/s, comme le demande la norme. Cette action exerce une force de traction perpendiculaire à la surface de l'enduit, qui augmente progressivement jusqu'à la séparation complète de l'enduit du support. L'évaluation de l'adhérence se fait alors en mesurant la force de rupture, qui est ensuite rapportée à la surface de contact entre l'enduit et le support.

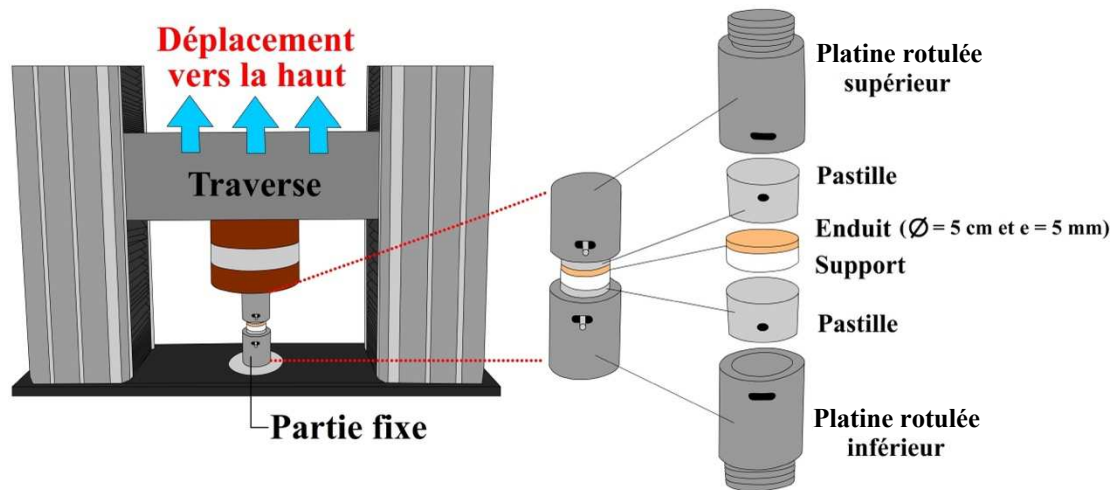


Figure 92 : Schématisation de la méthode utilisée pour la mesure d'adhérence à l'état durci

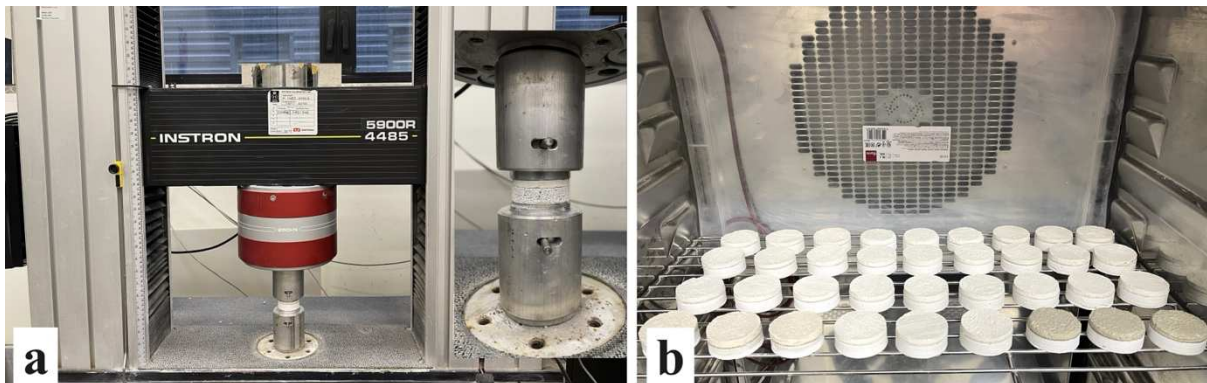


Figure 93 : (a) L'équipement utilisé en laboratoire pour la mesure d'adhérence par traction directe; (b) Une série d'échantillons sur le support en BA13 peint conservé dans l'enceinte climatique

5.1.1. Formules étudiées

Afin d'évaluer l'impact du type de granulat sur l'adhérence, de caractériser et de quantifier le changement du comportement d'adhérence entre l'enduit optimal et l'enduit de référence, et de comprendre les effets spécifiques de chaque additif sur cette propriété, les onze formules précédemment évaluées par les différents tests proposés ont été soumises au test de traction directe : la formule optimale (OPT) contenant tous les additifs, la formule de référence (REF) sans additif, quatre formules comportant exclusivement un seul additif, quatre formules préparées en retirant un seul additif à la formule optimale, et une formule de sable calcaire (SC) préparée en substituant la totalité de la poudre de tuffeau par du sable calcaire fin dans la formule REF. Pour chaque formule et chaque support étudiés, un minimum de quatre échantillons a été testé et les résultats présentés correspondent aux moyennes des mesures. Le tableau 18 détaille la composition des formules étudiées, leurs désignations et leurs compositions.

Tableau 18 : Les formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble des mélanges, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin. Le dosage (%) des additifs et la demande en eau sont en fonction de la masse totale des composants secs

Formule	SP [%]	CR [%]	EA [%]	AC [%]	W [%]
SC	–	–	–	–	24
REF	–	–	–	–	48
+ SP	0,37	–	–	–	39
+ CR	–	0,22	–	–	48
+ EA	–	–	0,10	–	50
+ AC	–	–	–	0,10	56
OPT	0,37	0,22	0,10	0,10	48
- SP	–	0,22	0,10	0,10	56
- CR	0,37	–	0,10	0,10	48
- EA	0,37	0,22	–	0,10	48
- AC	0,37	0,22	0,10	–	39

SP : superplastifiant, CR : compensateur de retrait, EA : entraîneur d'air, AC : agent colloïdal, W : demande en eau

5.1.2. Supports utilisés

Comme souligné précédemment dans le chapitre 2, il est essentiel d'évaluer la capacité d'adhérence de l'enduit aux différents matériaux susceptibles de servir de supports d'application. Différents supports ont donc été testés à l'état durci : la plaque de plâtre peinte (BA13) supposée non poreuse, et trois supports présentent différents degrés de porosité : le béton cellulaire (Siporex), la pierre de tuffeau, et un enduit d'accroche fabriqué et fourni par VEGA Industries, notre partenaire industriel. La figure 94 illustre les différents supports utilisés pour le test d'adhérence à l'état durci.

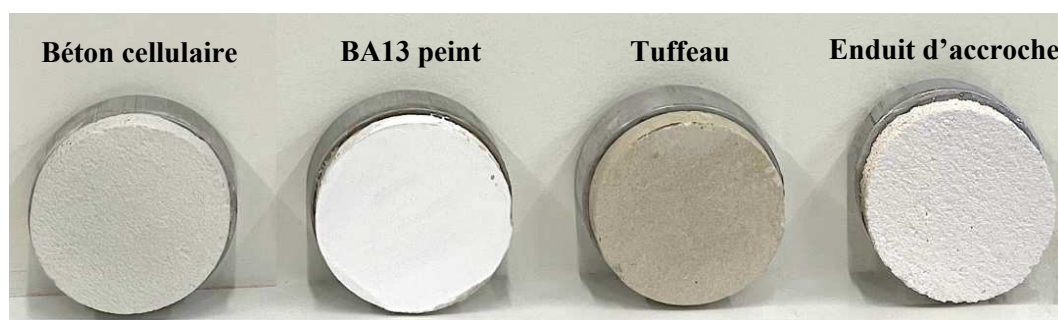


Figure 94 : Les supports utilisés pour le test d'adhérence à l'état durci : le matériau non poreux, le BA13 peint ; les matériaux poreux : le béton cellulaire (Siporex), la pierre de tuffeau et l'enduit d'accroche

L'adhérence de toutes les formules d'enduit étudiées a été mesurée sur un support de référence, le BA13 peint. Pour déterminer l'influence du type de support utilisé et de ses conditions lors de l'utilisation, l'adhérence de l'enduit optimal et de l'enduit de référence a été mesurée également sur les trois supports poreux dans deux conditions : sec et humidifié. La préparation de l'enduit d'accroche, ainsi que les conditions d'humidification des supports poreux et les préconisations d'utilisation recommandées pour ces derniers, sont identiques aux spécifications détaillées dans la section traitant de l'adhérence à l'état frais.

5.2. Résultats

5.2.1. Effet du type de granulat

L'adhérence de l'enduit formulé exclusivement avec la poudre de tuffeau et la chaux aérienne (formule REF) a été évaluée et comparée à celle d'un enduit contenant la même proportion de chaux mais utilisant un sable calcaire déjà commercialisé (formule SC). La performance d'adhérence de ces deux formules à 28 jours sur le support en BA13 peint est présentée à la figure 95.

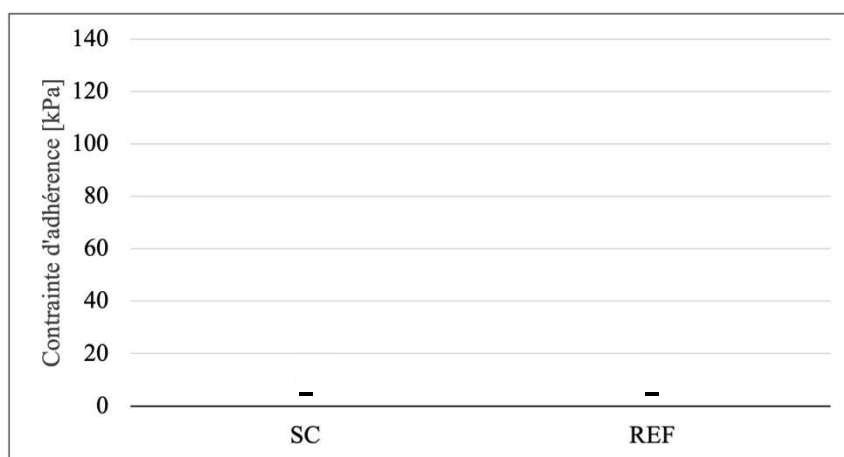


Figure 95 : La contrainte d'adhérence à la rupture de la formule de référence (REF) et la formule sable calcaire (SC) à 28 jours sur le support en BA13 peint

La formule de référence (REF) ne manifeste aucune adhérence à 28 jours sur le support en BA13 peint, l'enduit se détache du support avant même la réalisation de l'essai de traction. Ce défaut d'adhérence est principalement lié à l'important retrait de dessiccation de cette formule, impactant la stabilité structurelle et entraînant des fissurations à l'interface avec le support, ce qui contribue au décollement total de l'enduit. Il est donc impératif d'améliorer l'adhérence de l'enduit à base de poudre de tuffeau en utilisant des additifs, afin que le matériau satisfasse aux exigences d'adhérence à l'état durci en garantissant une adhérence admissible et durable avec le support. La figure 96 illustre un échantillon représentatif de la formule de référence (REF) qui s'est détaché du support avant la réalisation de l'essai d'adhérence.



Figure 96 : Un échantillon représentatif de la formule REF qui s'est détaché du support en BA13 peint avant la réalisation de l'essai d'adhérence

La formule au sable calcaire (SC) présente une performance d'adhérence identique à celle de la formule REF, où tous les échantillons se sont détachés préalablement à l'exécution des essais. Malgré un retrait de dessiccation inférieur à celui de la formule REF, la formule SC présente un retrait diamétral significatif (environ 2 %). De plus, la prise de l'enduit au sable calcaire est presque inexistante, étant uniquement entraînée par le processus de carbonatation sans manifester une réaction pouzzolanique comme dans le cas de l'interaction de la chaux avec la poudre de tuffeau. Ces facteurs limitent ensemble le développement d'une adhérence suffisante. Ainsi, même l'enduit formulé avec le sable calcaire fin ne manifeste pas une liaison adhésive satisfaisante avec le support et ne répond donc pas au critère d'adhérence des enduits de finition. Pour utiliser ce sable dans la formulation d'un enduit de finition, il est possible d'optimiser sa formulation par l'ajout d'une addition pouzzolanique ou d'un agent colloïdal, un additif fréquemment utilisé pour augmenter l'adhérence.

5.2.2. Effet des additifs

Les évaluations qualitatives de l'adhérence de l'enduit optimisé a révélé que l'incorporation des quatre additifs dans la composition de l'enduit entraîne une amélioration de cette propriété à l'état durci. L'enduit optimal présente une bonne adhérence au support sans aucun signe de décollement, tandis que l'enduit de référence présente une très faible adhérence, voire une perte totale d'adhérence dans certaines zones. Les mesures d'adhérence ont été effectuées sur les formules REF et OPT afin de quantifier les changements de cette propriété. La figure 97 présente la contrainte d'adhérence à la rupture de ces deux formules à 28 jours sur le support en BA13 peint.

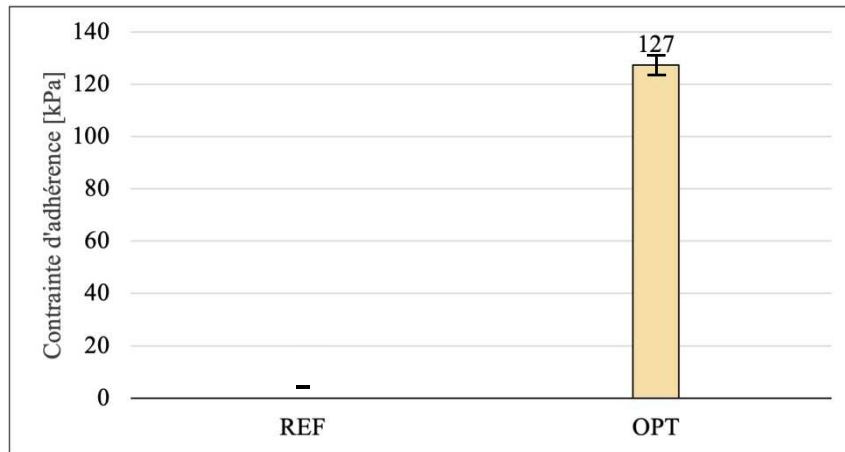


Figure 97 : La contrainte d'adhérence à la rupture de la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT) à 28 jours sur le support en BA13 peint

Les résultats confirment les observations qualitatives indiquant que la formule OPT manifeste une performance d'adhérence significativement supérieure à celle de la formule REF à l'état durci. Contrairement à la formule REF, où l'enduit se détache du support avant même la réalisation des tests, les essais d'adhérence sur la formule OPT ont pu être systématiquement effectués sur l'ensemble des échantillons préparés. La formule optimisée présente une contrainte d'adhérence à la rupture d'environ 127 kPa, comparée à une contrainte nulle pour la formule REF. Cette amélioration dans la performance d'adhérence de la formule OPT est principalement liée à la diminution significative du retrait par dessiccation, ce qui réduit les déformations dues aux variations volumiques et empêche la fissuration.

La formulation optimisée de l'enduit présente une rupture cohésive lors des tests d'adhérence. Ce mode de rupture se caractérise par une fracturation interne du matériau plutôt que par son détachement du support. Ce comportement indique que l'adhésion entre l'enduit et le support résiste mieux aux forces appliquées durant le test que l'intégrité structurelle de l'enduit lui-même. La formule optimale de l'enduit possède une bonne adhérence qui satisfait aux critères visés. La figure 98 illustre la rupture cohésive d'un échantillon représentatif de la formule optimale (OPT) après la réalisation de l'essai d'adhérence sur le support en BA13 peint.



Figure 98 : Rupture cohésive d'un échantillon représentatif de la formule OPT après la réalisation de l'essai d'adhérence sur le support en BA13 peint

5.2.2.1. Effet de chaque additif seul à la formule de référence

L'enduit de référence (REF), formulé uniquement avec la poudre de tuffeau et la chaux aérienne, présente une très faible adhérence au support à l'état durci. L'incorporation de différents additifs dans sa composition modifie le comportement d'adhérence. Afin d'évaluer et de quantifier l'effet de l'ajout de chacun des additifs sur l'adhérence de l'enduit à l'état durci, cinq formules différentes ont été testées : la formule de référence (REF) ne contenant aucun additif et quatre formules, chacune élaborée en ajoutant un seul additif à REF. La figure 99 présente la contrainte d'adhérence à la rupture de ces formules à 28 jours sur le support en BA13 peint.

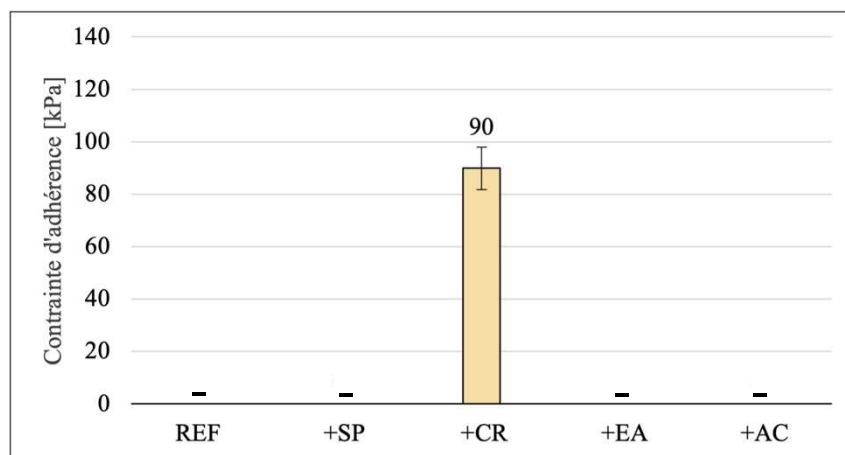


Figure 99 : La contrainte d'adhérence à la rupture des formules REF, +SP, +CR, +EA et +AC à 28 jours sur le support en BA13 peint

Les formules REF, +SP, +EA, +AC ne manifestent aucune adhérence à 28 jours sur le support en BA13 peint. Pour l'ensemble des échantillons préparés pour ces formules, l'enduit se détache du support avant même la réalisation de l'essai. Avec ce résultat, il est à noter que ce défaut d'adhérence est directement attribuable à l'important retrait par dessiccation de ces formules. En effet, l'ajout de SP ou de EA à la formule de référence (REF) ne réduit pas significativement le retrait, tandis que l'ajout de AC à REF augmente l'ampleur du retrait. Le compensateur de retrait (CR) est le seul additif qui améliore la performance d'adhérence de l'enduit durci. L'incorporation de CR dans la formule de référence (REF) augmente considérablement la contrainte d'adhérence à la rupture, la faisant passer de 0 à 90 kPa. Cette augmentation de l'adhérence, suite à l'intégration de CR, est attribuable à la réduction significative du retrait entraîné par cet additif.

5.2.2.2. Exclusion d'un additif de la formule optimale

L'enduit optimisé contenant l'ensemble des additifs présente une bonne adhérence au support à l'état durci. Pour examiner et quantifier l'effet de l'élimination d'un additif sur l'adhérence de l'enduit optimal à l'état durci, cinq formules ont été testées : la formule optimale (OPT) et quatre autres formules, chacune élaborée en retirant un seul additif à OPT. La figure 100 présente la contrainte d'adhérence à la rupture de ces formules à 28 jours sur le support en BA13 peint.

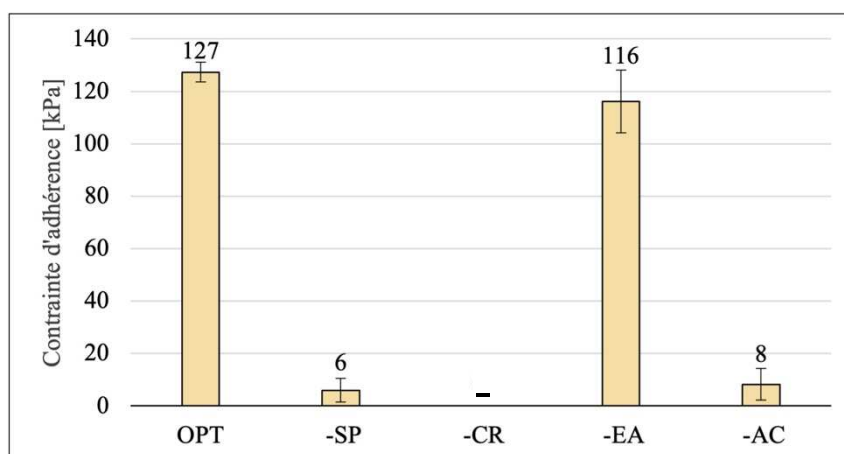


Figure 100 : La contrainte d'adhérence à la rupture des formules OPT, -SP, -CR, -EA et -AC à 28 jours sur le support en BA13 peint

L'exclusion du superplastifiant (SP) de la formule optimale (OPT) entraîne une diminution significative de la contrainte d'adhérence à la rupture, passant de 127 kPa à 6 kPa. Ce changement dans le comportement d'adhérence est dû à plusieurs raisons : une augmentation du retrait liée à l'augmentation de la demande en eau, qui passe de 48 % à 56 %, et une diminution de l'adhérence à l'état frais qui persiste à l'état durci en raison de l'accroissement de la cohésion du matériau par rapport à son adhérence. L'élimination du compensateur de retrait (CR) de la formule OPT entraîne une augmentation significative du retrait, conduisant à une perte intégrale de l'adhérence de l'enduit. Tous les échantillons préparés avec cette formulation se détachent avant l'exécution du test. L'exclusion de l'entraîneur d'air (EA) de la formule OPT ne modifie quasiment pas la performance d'adhérence de l'enduit, la contrainte d'adhérence à la rupture demeure du même ordre. L'élimination de l'agent colloïdal de la formule optimale induit une détérioration de l'adhérence à l'état durci, manifestée par une réduction significative de la contrainte d'adhérence à la rupture, qui diminue de 127 kPa à 8 kPa. Ce type d'additifs est souvent intégré dans la composition des enduits afin d'améliorer leurs performances d'adhérence.

En conséquence, l'élimination de AC de l'enduit optimal diminue l'adhérence, rendant ainsi cet additif indispensable non seulement pour améliorer l'adhérence à l'état frais mais également à l'état durci. Les deux tiers des échantillons préparés pour les formules -SP et -AC présentent une adhérence

suffisante pour réaliser l'essai (un tiers se détache avant l'essai). Cependant, les échantillons testés de ces formules développent une très faible adhérence, caractérisée par une rupture adhésive qui se produit à l'interface avec le support, entraînant un détachement rapide de l'enduit. En effet, l'adhérence mesurée pour ces formules est tellement faible qu'elles ne sont pas considérées meilleures que les formules présentant une absence totale d'adhérence. La figure 101 illustre la rupture adhésive d'un échantillon représentatif de la formule -AC après la réalisation de l'essai d'adhérence sur le support en BA13 peint.



Figure 101 : Rupture adhésive d'un échantillon représentatif de la formule -AC après la réalisation de l'essai d'adhérence sur le support en BA13 peint

5.2.3. Effet du type de support

Afin de déterminer la performance d'adhérence de l'enduit avec différents matériaux pouvant servir de supports d'application, l'adhérence de l'enduit optimal et de l'enduit de référence a été mesurée sur différents types de supports, répartis en deux catégories : un support non poreux, le BA13 peint, et trois supports poreux, qui incluent le béton cellulaire (Siporex), la pierre de tuffeau et un enduit d'accroche. Les professionnels dans le domaine des enduits recommandent d'humidifier les supports avant l'application du matériau pour optimiser l'adhérence. Dans cette section, les mesures d'adhérence aux supports poreux sont réalisées dans l'état considéré comme optimal, c'est-à-dire après humidification. L'impact de l'humidification des supports poreux sera présenté dans la section suivante. La figure 102 présente la contrainte d'adhérence à la rupture de la formule optimale (OPT) et de la formule de référence (REF) à 28 jours sur les différents supports utilisés.

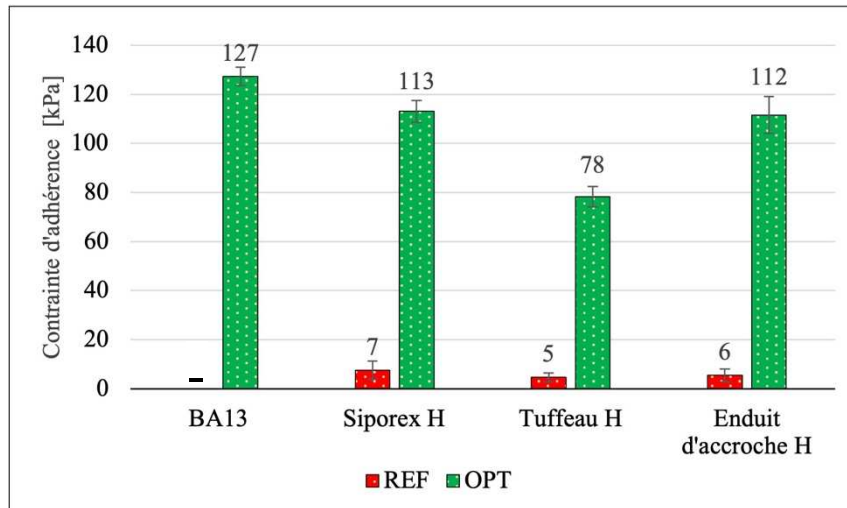


Figure 102 : La contrainte d'adhérence à la rupture de la formule optimale (OPT) et de la formule de référence (REF) à 28 jours sur les différents supports utilisés

La formule de référence (REF) présente une très faible adhérence sur l'ensemble des supports étudiés. Cependant, l'enduit maintient une adhérence minimale sur les supports poreux, ce qui permet de réaliser l'essai, contrairement au BA13 peint où l'enduit se détache du support avant la réalisation de l'essai. Le BA13 présente une surface extrêmement lisse et plane, ce qui provoque un détachement direct de l'enduit à la suite du retrait. En revanche, les supports poreux présentent une surface rugueuse, ce qui favorise le développement d'une faible liaison adhésive avec l'enduit.

Les mesures d'adhérence révèlent que la formule optimale présente une bonne adhérence sur tous les supports étudiés. La contrainte d'adhérence à la rupture est du même ordre sur le BA13, le Siporex et l'enduit d'accroche humidifiés. Cependant, l'adhérence sur le tuffeau humidifié est inférieure d'environ 30 % par rapport aux autres supports. Comme précisé auparavant, les supports poreux ont été humidifiés de la même façon utilisée sur les chantiers avec un état partiellement saturé d'une hauteur de 1 cm. Cependant, cette approche n'est pas optimale pour des matériaux fortement poreux comme le tuffeau, en raison de leur forte capacité d'absorption d'eau. La diminution de la quantité d'eau de l'enduit frais à l'interface avec le support entraînerait une réduction de l'ampleur de la réaction pouzzolanique. En effet, cette réaction chimique essentielle pour le développement de la résistance de l'enduit, se déroule dans un milieu hydraté et la diminution de la quantité d'eau disponible limite la formation des hydrates, des produits essentiels pour la cristallisation et la rigidification de l'enduit. En conséquence, la cristallisation adéquate de l'enduit au niveau de la surface d'interaction est compromise, entraînant une réduction des forces d'adhérence. Cette hypothèse est également cohérente par rapport à des résultats qui seront présentés plus tard, en page 147.

Bien entendu, il n'est pas envisageable de saturer un mur de tuffeau sur toute son épaisseur afin d'obtenir des conditions plus favorables. Par ailleurs, la diminution de l'adhérence sur le support en tuffeau préalablement humidifié a également été observée à l'état frais.

La formule optimale (OPT) présente une rupture cohésive sur le BA13 et les trois supports poreux humidifiés. La rupture survient dans l'enduit, qui se révèle plus fragile en traction que les supports. La figure 103 illustre des échantillons représentatifs de la formule optimale (OPT) après la réalisation de l'essai d'adhérence sur les différents supports utilisés.



Figure 103 : Des échantillons représentatifs de la formule OPT, après la réalisation de l'essai d'adhérence sur les différents supports utilisés : BA13 peint, siporex, tuffeau et enduit d'accroche humidifiés

5.2.4. Effet de l'humidification du support

L'humidification des supports poreux avant l'application des enduits est recommandée dans le but d'optimiser l'adhérence de manière globale. Afin de quantifier l'effet de l'humidification des supports sur la performance d'adhérence de l'enduit, les tests de traction directe ont été menés sur la formule optimale et la formule de référence sur les supports poreux testés, notamment le siporex, le tuffeau et l'enduit d'accroche dans deux états : sec et humide. La figure 104 présente la contrainte d'adhérence à la rupture de la formule optimale (OPT) et de la formule de référence à 28 jours sur les différents supports poreux utilisés dans les deux états, sec et humide.

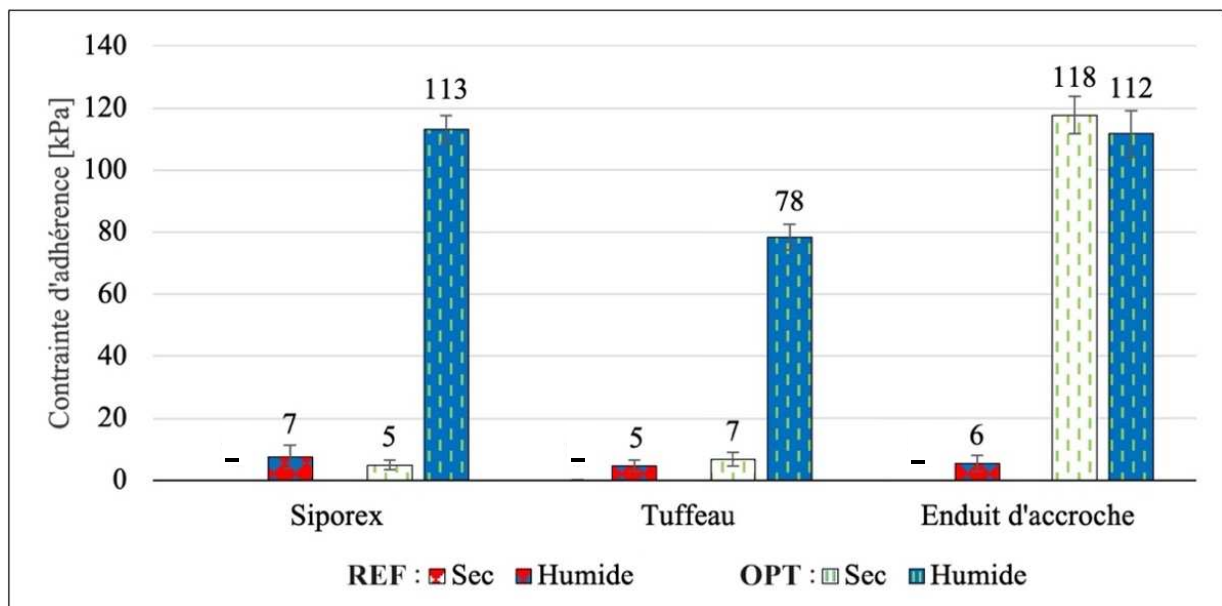


Figure 104 : La contrainte d'adhérence à la rupture de la formule optimale (OPT) et de la formule de référence (REF) à 28 jours sur les différents supports poreux utilisés dans les deux états, sec et humide

L'adhérence de la formule optimale (OPT) sur le tuffeau et le siporex à l'état sec est très faible. En revanche, lorsque l'adhérence de cette formule est mesurée sur les mêmes supports, mais préalablement humidifiés, l'enduit présente une bonne adhérence. La forte porosité de ces matériaux support induit une absorption rapide de l'eau à l'interface entre le support et l'enduit. Ce phénomène capillaire provoque une dessiccation accélérée de l'enduit, compromettant ainsi son efficacité adhésive. En effet, l'eau est absorbée avant que l'enduit ait eu le temps nécessaire pour établir une bonne liaison adhésive avec le support. Ne pas humidifier le tuffeau et le siporex dégrade de manière rédhibitoire l'adhérence de l'enduit optimisé, ce qui entraîne un basculement de son mode de rupture de cohésif à adhésif. La figure 105 illustre l'effet de l'humidification des supports poreux utilisés sur l'adhérence de la formule optimale (OPT).



Figure 105 : Effet de l'humidification des supports poreux utilisés sur l'adhérence de la formule optimale (OPT)

L'enduit d'accroche présentent des valeurs de contrainte d'adhérence à la rupture quasiment identiques sous les deux états étudiés, ce qui indique que ce matériau n'absorbe pas d'eau. Il convient de souligner que l'enduit d'accroche, conçu spécifiquement pour supporter un enduit de finition, est formulé de manière à limiter l'absorption d'eau de l'enduit adjacent afin de favoriser l'adhérence.

L'étude de l'adhérence de la formule de référence sur les supports poreux révèle que, à l'état sec, l'enduit se détache des supports avant même l'exécution des tests. En condition humide, l'enduit manifeste une adhérence extrêmement faible, approchant le zéro. Cette absence presque totale d'adhérence, comme évoqué précédemment, est attribuable au retrait de dessiccation significatif.

5.3. Synthèse et apports de l'évaluation de l'adhérence

L'enduit à base de poudre de tuffeau sans additifs ne manifeste aucune adhérence à 28 jours sur le support en BA13 peint et présente une très faible adhérence sur les supports poreux en raison de leur plus grande rugosité par rapport au BA13. Cette absence presque totale d'adhérence est principalement liée à l'important retrait de dessiccation de cette formule. En revanche, l'enduit optimisé par l'ajout d'additifs présente une bonne adhérence, ce qui assure que l'enduit reste collé sur les surfaces verticales. L'ajout de superplastifiant (SP), d'entraîneur d'air (EA) ou d'agent colloïdal à la formulation de référence n'entraîne pas d'amélioration mesurable sur l'adhérence de l'enduit durci, en raison de la persistance d'un retrait significatif qui dégrade la qualité de l'adhérence. L'intégration de compensateur de retrait (CR) dans l'enduit entraîne une grande amélioration de ses performances d'adhérence à l'état durci. Parmi les additifs testés, le compensateur de retrait se distingue comme le seul agent qui augmente significativement l'adhérence lorsqu'il est utilisé seul dans la composition de l'enduit. Cette amélioration de l'adhérence est directement liée à la diminution significative du retrait de dessiccation.

L'exclusion du superplastifiant (SP) de l'enduit optimal entraîne une diminution significative de l'adhérence due à plusieurs facteurs : l'augmentation du retrait liée à l'accroissement de la demande en eau et l'augmentation de la cohésion du matériau. L'élimination de l'entraîneur d'air (EA) de l'enduit optimal n'affecte pratiquement pas les propriétés d'adhérence de l'enduit. L'exclusion de l'agent colloïdal (AC) de la formule optimale de l'enduit réduit significativement l'adhérence, soulignant ainsi son rôle crucial non seulement pour optimiser l'adhérence à l'état frais mais aussi après durcissement malgré que son ajout seul n'ait aucun effet. L'élimination du compensateur de retrait (CR) de l'enduit optimal augmente significativement le retrait de dessiccation, ce qui conduit à la perte totale de l'adhérence.

L'enduit optimisé manifeste une bonne adhérence quel que soit le type de support dans ces conditions optimales, à conditions que ce dernier ne présente pas de problème significatif d'absorption d'eau. Les mesures d'adhérence effectuées sur les différents supports montrent que le BA13 peint est un bon choix pour l'application de l'enduit en intérieur. En revanche, pour une application en extérieur, l'enduit d'accroche et le béton cellulaire (siporex) humidifié offrent une bonne liaison adhésive. Cependant, l'enduit d'accroche constitue le meilleur choix puisqu'il ne nécessite pas de pré-humidification. Il est impératif de pré-humidifier les supports poreux présentant une grande capacité d'absorption d'eau avant l'application de l'enduit, car ces matériaux absorbent immédiatement l'eau à l'interface, réduisant ainsi significativement l'adhérence.

Une première application de l'enduit à échelle réelle a été effectuée en collaboration avec nos partenaires, l'entreprise VEGA Industries et le cabinet d'architecture BHTP (voir Annexe 3).

6. Propriétés mécaniques

6.1. Méthodes

L'enduit développé sera appliqué en une couche fine de finition d'environ 5 mm d'épaisseur pour permettre la réhabilitation des bâtiments anciens en pierre de tuffeau. Les normes définissant les tests de caractérisation mécanique spécifient la forme et les dimensions des échantillons, qui sont typiquement des cubes ou des prismes dont l'épaisseur est beaucoup plus grande que celle d'un enduit. Ainsi, les échantillons cubiques ou prismatiques ne représentent pas un enduit fin de finition, mais plutôt un enduit très épais. Les propriétés des enduits diffèrent généralement selon plusieurs facteurs : les techniques de mise en œuvre ; les variations dans le gradient de dessiccation qui dépend de l'épaisseur ; le rôle de l'adhérence, qui est empêchée dans le cas des échantillons normalisés par l'utilisation d'huile de décoffrage pour faciliter le démoulage. Ainsi, évaluer les performances mécaniques du matériau développé en utilisant des échantillons prismatiques normalisés de plusieurs centimètres d'épaisseur ne semble pas constituer un moyen d'évaluation adapté pour un enduit fin de finition. Par conséquent, nous proposons dans ce travail d'utiliser deux évaluations complémentaires. Une première évaluation des propriétés mécaniques qui a été menée sur des échantillons de mortier cubiques pour le test de résistance à la compression et prismatiques pour le test de résistance à la flexion, étant donné que ces méthodes normalisées sont couramment employées pour caractériser les propriétés mécaniques. Une deuxième évaluation des propriétés mécaniques qui a été menée sur des échantillons d'enduit fin de seulement quelques millimètres d'épaisseur, appliqués par talochage sur un support en utilisant des tests de résistance au perçage et de dureté.

6.1.1. Résistance à la compression et à la flexion

Les résistances mécaniques des différentes formulations étudiées ont été évaluées conformément à la norme EN 1015-11, à l'aide d'une presse 3R modèle SYNTAX équipée d'un capteur de 50 kN et en appliquant une vitesse de déplacement de 0,5 mm/min. La résistance à la compression est mesurée sur des échantillons cubiques ($40 \times 40 \times 40$ mm) et la résistance à la flexion sur des échantillons prismatiques ($40 \times 40 \times 160$ mm). Le démoulage des échantillons a été effectué 48 heures après leur fabrication. Les échantillons ont été soumis dès leur préparation à une cure à l'air libre dans les conditions ambiantes du laboratoire à une température de 20 °C et une humidité relative d'environ 50 % jusqu'à ce qu'ils atteignent l'âge de test. Les tests des résistances mécaniques ont été réalisés sur les échantillons des différentes formules étudiées sous deux états : ambiant et humide. L'état ambiant correspond aux conditions normales d'utilisation du matériau, où les échantillons sont exposés uniquement aux conditions ambiantes sans subir d'humidité excessive, tandis que l'état humide se réfère à des conditions d'humidité élevée, où les échantillons sont immergés dans l'eau jusqu'à la stabilisation de leur masse. Afin de suivre et d'évaluer l'évolution de la résistance en fonction du temps, les

échantillons ont été testés à différents âges : 7, 14 et 28 jours pour l'état humide, et uniquement à 28 jours pour l'état ambiant. L'évaluation des échantillons a été réalisée principalement à l'état humide, étant donné que cet état garantit une reproductibilité optimale, et représente ainsi une référence idéale pour les comparaisons. Par ailleurs, comme la pénétration de l'eau dans les pores du matériau réduit généralement la résistance mécanique, tester le matériau dans cet état permet donc d'estimer les valeurs minimales de résistance mécanique que le matériau peut développer. Les résultats présentés sont les moyennes obtenues de trois échantillons pour chaque formule étudiée.

6.1.2. Mesure de résistance au perçage

Le test de résistance au perçage a été effectué en utilisant le système DRMS (Drilling Resistance Measurement System), une technologie conçue et développée par SINT Technology. Cette méthode permet d'évaluer les propriétés mécaniques de dureté superficielle et de résistance interne d'un matériau. Le test consiste à mesurer la force requise pour la pénétration d'une pointe de perçage en fonction de la profondeur du matériau. La figure 106 illustre le système de mesure de résistance au perçage utilisé.



Figure 106 : Le système de mesure de résistance au perçage utilisé sur les échantillons d'enduit

Cet essai peut être réalisé sur différents types de mortier et d'enduit, ainsi que sur les pierres. Les vitesses de rotation et d'avancement dans un test de perçage sont des paramètres ajustables en fonction des propriétés des matériaux étudiés. Ces variables sont définies selon le niveau de résistance mécanique afin d'améliorer la précision et d'augmenter la reproductibilité. La vitesse de rotation varie de 20 à 1000 tours/min, tandis que la vitesse d'avancement varie entre 1 et 80 mm/min. Ces paramètres sont définis avant l'initiation de l'essai et demeurent constants durant toute sa durée. Des évaluations préliminaires ont permis de déterminer les vitesses les plus adaptées pour l'enduit : une vitesse de rotation de 300 tours/min et une vitesse d'avancement de 20 mm/min. Une mèche de perçage de 5 mm de diamètre a été utilisée. Les différentes formules d'enduit testées ont été appliquées à l'aide d'une taloche métallique sur un support en bois peint sur une surface de 20 x 6 cm avec une épaisseur d'environ

5 mm. La figure 107 présente les échantillons d'enduit après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint préparés pour le test de perçage.

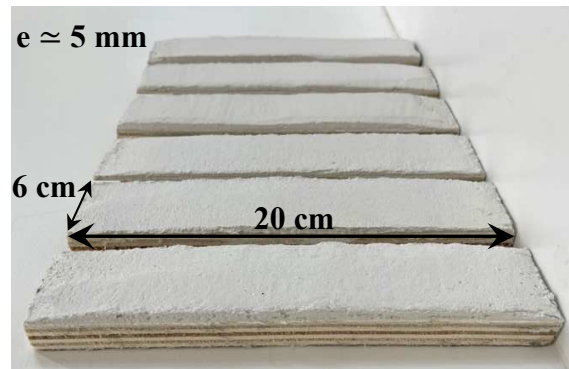


Figure 107 : Les échantillons d'enduit après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint

Ensuite, les échantillons ont été conservés à l'air libre dans les conditions ambiantes du laboratoire (une température de 20 °C et une humidité relative d'environ 50 %) pendant une durée de 28 jours. Après que les échantillons ont atteint l'âge nécessaire pour les tests, huit percements espacés de 3 cm ont été réalisés jusqu'à une profondeur de 5 mm, correspondant à l'épaisseur de l'enduit. Les résultats présentés correspondent à la moyenne des huit mesures prises pour chaque formulation d'enduit étudiée.

6.1.3. Duromètre

La méthode de dureté Leeb par rebondissement a été effectuée sur les différentes formulations d'enduit à l'aide d'un duromètre Piccolo Tylor 211. Le test permet de mesurer la dureté superficielle d'un matériau en se basant sur le principe physique du rebond. Un impacteur sous forme de bille est propulsé avec une force constante sur la surface du matériau à tester. Après l'impact, la vitesse de rebond de la bille est enregistrée. La dureté du matériau est ensuite déterminée par la différence entre la vitesse d'impact initiale et celle du rebond, convertie en une valeur de dureté de Leeb (HL) qui s'affiche sur l'appareil. Les différentes formulations d'enduit évaluées par cette méthode ont été préparées, conservées et testées en suivant les mêmes démarches et conditions décrites dans la méthode de mesure de résistance au perçage. Une fois que les échantillons ont atteint l'âge requis pour les tests (28 jours), l'appareil de mesure a été positionné sur la surface de l'enduit et les mesures ont été réalisées sur huit points distincts espacés de 3 cm pour obtenir une évaluation représentative de la dureté globale. Les résultats présentés correspondent à la moyenne des huit mesures prises pour chaque formulation d'enduit étudiée.

6.1.4. Formules étudiées

Afin d'évaluer l'effet de la poudre de tuffeau sur les propriétés mécaniques, de caractériser et de quantifier les différences entre les propriétés mécaniques de la formulation optimisée avec additifs et celle sans additifs, et de comprendre les effets spécifiques de chaque additif, les onze formules précédemment évaluées ont été soumises à des essais de résistance à la compression et à la flexion : la formule optimale (OPT) contenant tous les additifs, la formule de référence (REF) sans additif, quatre formules comportant exclusivement un seul additif, quatre formules préparées en retirant un seul additif à la formule optimale, et une formule de sable calcaire (SC) préparée en substituant la totalité de la poudre de tuffeau par du sable calcaire fin dans la formule REF. Concernant les tests de dureté et de perçage, six formules ont été étudiées : la formule optimale (OPT), la formule de référence (REF), deux formules chacune élaborée en ajoutant le compensateur de retrait (CR) ou l'entraîneur d'air (EA) à REF, et deux formules chacune élaborée en retirant le CR ou l'EA de OPT. Le tableau 19 détaille la composition de toutes les formules étudiées, leurs désignations et leurs compositions.

Tableau 19 : Les formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble des mélanges, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin. Le dosage (%) des additifs et la demande en eau sont en fonction de la masse totale des composants secs

Formule	SP [%]	CR [%]	EA [%]	AC [%]	W [%]
SC	–	–	–	–	24
REF	–	–	–	–	48
+ SP	0,37	–	–	–	39
+ CR	–	0,22	–	–	48
+ EA	–	–	0,10	–	50
+ AC	–	–	–	0,10	56
OPT	0,37	0,22	0,10	0,10	48
- SP	–	0,22	0,10	0,10	56
- CR	0,37	–	0,10	0,10	48
- EA	0,37	0,22	–	0,10	48
- AC	0,37	0,22	0,10	–	39

SP : superplastifiant, CR : compensateur de retrait, EA : entraîneur d'air, AC : agent colloïdal, W : demande en eau

6.2. Résultats

6.2.1. Évaluation de la résistance à la compression et à la flexion

6.2.1.1. Effet du type de granulat

La poudre de tuffeau contient environ 30 % de silice amorphe et 10 % de minéraux argileux. Ces composants réagissent avec la chaux aérienne en présence d'eau, déclenchant une réaction pouzzolanique qui contribue à l'amélioration des performances mécaniques du matériau [15 - 17]. Le durcissement d'un mortier à la chaux aérienne se fait par carbonatation, cependant, la présence de pouzzolanes dans un mortier de ce type entraîne un durcissement par deux processus chimiques, la réaction pouzzolanique et la carbonatation [161]. Afin d'évaluer l'effet de la poudre de tuffeau sur les propriétés mécaniques, les résistances mécaniques de mortier sans additifs ont été déterminées et comparées à celles d'un mortier où la poudre de tuffeau est substituée par un sable calcaire déjà commercialisé par notre partenaire VEGA Industries. La figure 108 présente les résistances à la compression et à la flexion de la formule de référence (REF) et de la formule sable calcaire (SC), mesurées à 7, 14 et 28 jours à l'état humide et à 28 jours à l'état ambiant. Pour rappel, l'état ambiant correspond aux conditions ambiantes (20 °C et 50 % d'humidité), tandis que l'état humide est atteint par la saturation des échantillons par immersion. La demande en eau optimale est de 48 % pour la formule REF et de 24 % pour la formule SC.

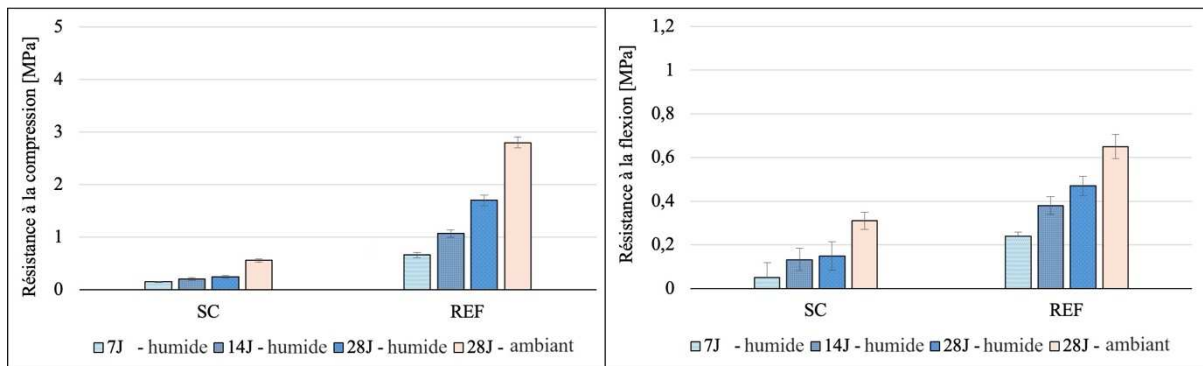


Figure 108 : Les résistances à la compression et à la flexion de la formule de référence (REF) et de la formule sable calcaire (SC), mesurées à 7, 14 et 28 jours à l'état humide et à 28 jours à l'état ambiant

Les données relatives aux résistances mécaniques révèlent une augmentation significative dans les performances mécaniques pour des mortiers contenant la poudre de tuffeau. Pour les échantillons testés à l'état ambiant à 28 jours, le mortier à base de poudre de tuffeau manifeste une résistance à la compression de 2,8 MPa, contre seulement 0,56 MPa pour le mortier à base de sable calcaire, soit cinq fois plus résistant. Ces résultats s'alignent avec les observations de Beck [15], affirmant ainsi que l'activité pouzzolanique de la poudre de tuffeau contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques des mortiers à la chaux aérienne. Une réduction significative de la résistance mécanique est observée lorsque les mortiers sont testés à l'état humide. Cette diminution est due à la pénétration de l'eau dans

les pores du matériau, ce qui réduit la cohésion interparticulaire et diminue la résistance. Ce résultat indique que le mortier à base de poudre de tuffeau est assez sensible à la présence d'eau liquide qui peut dégrader ses performances.

6.2.1.2. Effet des additifs

L'ajustement de la formulation de l'enduit par l'ajout des additifs modifie significativement ses propriétés à l'état durci. La figure 109 présente les résistances à la compression et à la flexion de la formule de référence (REF) et de la formule optimale (OPT), mesurées à 7, 14 et 28 jours à l'état humide et à 28 jours à l'état ambiant. La demande en eau de ces deux formules est identique et est de 48 %.

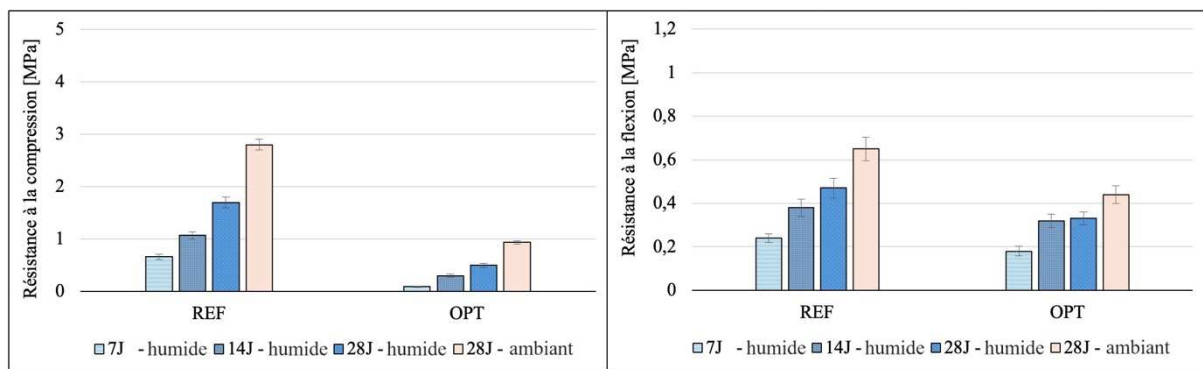


Figure 109 : Les résistances à la compression et à la flexion de la formule de référence (REF) et de la formule optimale (OPT), mesurées à 7, 14 et 28 jours à l'état humide et à 28 jours à l'état ambiant

Malgré une demande en eau identique, les données relatives aux résistances mécaniques des échantillons cubiques et prismatiques indiquent que la formule de référence présente des performances mécaniques nettement supérieures à celles de la formule optimale. Cette différence dans leurs résistances est principalement associée à la modification de la porosité par l'ajout des additifs. La formule REF a subi un retrait libre de dessiccation important, entraînant une diminution de la porosité, tandis que la formule OPT a connu un retrait beaucoup moins marqué et présente donc une plus grande porosité. Il est important de noter que, même si les échantillons de mortier normalisés de la formule REF satisfont aux critères de performance mécanique établis, l'application de cette formule en tant qu'enduit fin représente une maniabilité modérée, une faible adhérence et une fissuration rédhibitoire lorsque le retrait est empêché par un support. La conformité d'un enduit fin de finition repose sur plusieurs critères essentiels. À l'état frais, il doit manifester une haute maniabilité et une adhérence efficace. Une fois durci, il doit présenter un retrait minimal sans fissuration, une bonne adhérence et des performances mécaniques suffisantes pour résister aux chocs de la vie quotidienne. Ainsi, un enduit fin doit d'abord satisfaire à l'ensemble des critères préalablement énoncés avant de vérifier le critère de performance mécanique. D'après la norme NF EN 998-1 concernant les mortiers à la chaux [81], un mortier monocouche de type CSII doit présenter à 28 jours une résistance à la compression située entre 1,5 MPa et 5 MPa. La formule optimale manifeste une résistance à la compression d'environ 1 MPa, ce

qui est inférieur au seuil défini par la norme. Ainsi, cette formule ne respectant pas la norme devrait être considérée comme insatisfaisante. Cependant, lors des évaluations qualitatives de l'enduit fin formulé avec la formule OPT, l'enduit présente une résistance mécanique qui semble pourtant suffisante pour résister aux chocs.

6.2.1.2.1 Effet de chaque additif seul à la formule de référence

Le mortier de référence, composé exclusivement de poudre de tuffeau et de chaux aérienne, présente une bonne résistance mécanique grâce à la réaction pouzzolanique. Afin de caractériser l'effet de l'ajout de chacun des additifs sur les résistances mécaniques à l'état durci, cinq différentes formules ont été testées : la formule de référence (REF) contenant aucun additif et quatre formules, chacune élaborée en ajoutant un seul additif à la formule REF. La figure 110 présente les résistances à la compression et à la flexion des formules avec un seul additif comparées avec la formule de référence, mesurées à 7, 14 et 28 jours à l'état humide et à 28 jours à l'état ambiant.

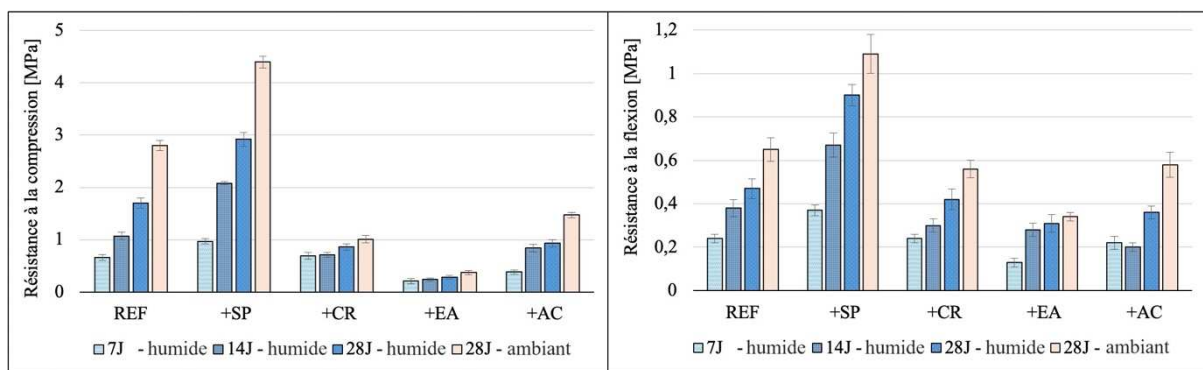


Figure 110 : Les résistances à la compression et à la flexion des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC, mesurées à 7, 14 et 28 jours à l'état humide et à 28 jours à l'état ambiant

L'ajout de superplastifiant (SP) dans la formule de référence (REF) entraîne une augmentation significative des résistances mécaniques. Cette amélioration des propriétés mécaniques est due à la diminution de la demande en eau optimale, passant de 48 % pour la formule REF à 39 % pour la formule +SP. La réduction de l'eau de gâchage diminue la porosité du matériau, ce qui entraîne une augmentation de la résistance mécanique. D'autres auteurs ont également constaté que l'utilisation de superplastifiants dans les mortiers à la chaux améliore les performances mécaniques [163, 164]. L'intégration de compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) dans la formule de référence (REF) n'affecte pas la demande en eau optimale. Toutefois, l'ajout de ces additifs entraîne une baisse de la densité du matériau qui réduit significativement les propriétés mécaniques du matériau. Le compensateur de retrait induit un gonflement dans la matrice du matériau tandis que l'entraîneur d'air introduit des bulles d'air dans le matériau, contribuant dans les deux cas à l'augmentation de la porosité. Cependant, la diminution des résistances mécaniques est plus prononcée pour la formule +EA, en

comparaison avec la formule +CR. Cette différence s'explique par le fait que l'EA génère des bulles d'air de plus grosse taille et en plus grande quantité. L'ajout de l'agent colloïdal (AC) dans la formule REF entraîne une diminution significative des résistances mécaniques. Cet affaiblissement des propriétés mécaniques est dû à l'augmentation de la demande en eau optimale, passant de 48 % pour la formule REF à 55 % pour la formule +AC. L'augmentation de l'eau de gâchage augmente la porosité du matériau également, ce qui entraîne une diminution de la résistance mécanique.

6.2.1.2.2 Exclusion d'un additif de la formule optimale

Pour caractériser l'effet de l'élimination d'un additif sur les résistances mécaniques de la formule optimal, cinq différentes formules ont été testées : la formule optimale (OPT) et quatre autres formules, chacune élaborée en retirant un seul additif à OPT. La figure 111 présente les résistances à la compression et à la flexion des formules sans chaque additif seul comparées avec la formule optimale, mesurées à 7, 14 et 28 jours pour l'état humide et à 28 jours pour l'état ambiant.

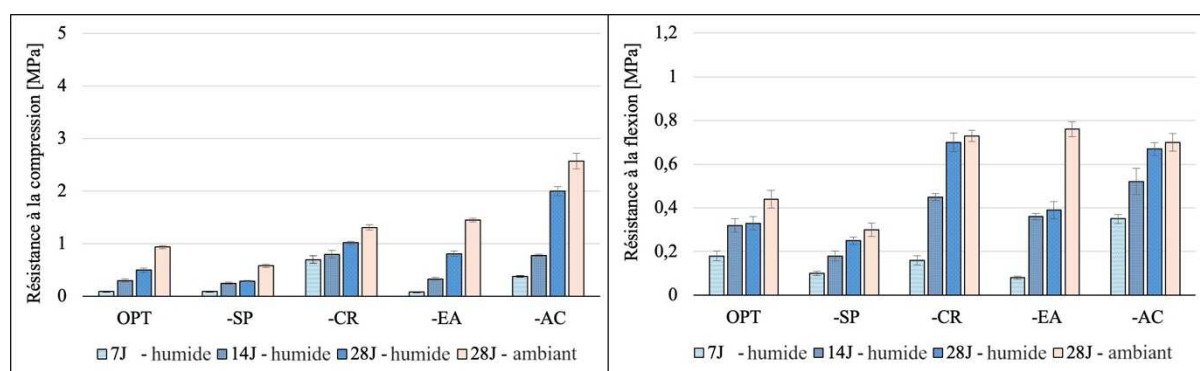


Figure 111 : Les résistances à la compression et à la flexion de ces des formules OPT, -SP, -CR, -EA, -AC, mesurées à 7, 14 et 28 jours pour l'état humide et à 28 jours pour l'état ambiant

L'exclusion du superplastifiant (SP) de la formule optimale (OPT) entraîne une diminution significative des résistances mécaniques. Ce changement dans les propriétés mécaniques est dû à l'augmentation de la demande en eau optimale, passant de 48 % pour la formule OPT à 56 % pour la formule -SP. L'augmentation de la quantité d'eau de gâchage augmente la porosité du matériau, ce qui diminue la résistance mécanique. L'élimination de compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) de la formule optimale (OPT) ne modifie pas la demande en eau optimale. Toutefois, l'exclusion de ces additifs entraîne une légère amélioration des propriétés mécaniques du matériau, attribuable à la réduction de la porosité par rapport à la formule optimale. L'exclusion de l'agent colloïdal (AC) de la formule OPT augmente significativement les résistances mécaniques du matériau. Cette amélioration des propriétés mécaniques est due à la diminution significative de la demande en eau optimale, passant de 48 % pour la formule OPT à 39 % pour la formule -AC. Cette diminution significative de la demande

en eau réduit également la porosité du matériau, ce qui entraîne une augmentation de la résistance mécanique.

Ces résultats viennent confirmer que les tests mécaniques normalisés réalisés sur cubes et prismes ne perçoivent pas la majorité des additifs comme des éléments favorables à la formulation de l'enduit. Le seul additif qui est réellement perçu favorablement est le superplastifiant, dont le rôle est simplement de réduire l'eau, et donc avec un effet forcément positif sur des tests mécaniques. Concernant les autres additifs, leur rôle est d'améliorer le comportement de l'enduit sur son support. Le compensateur de retrait réduit le retrait de dessiccation et évite donc le détachement de l'enduit ; l'entraîneur d'air améliore la maniabilité le temps de l'application, son apport de bulles d'air a priori négatif pour la résistance étant réduit durant l'application grâce au talochage ; l'agent colloïdal améliore l'adhérence sur le support. Les tests mécaniques seuls ne considèrent aucun support et donc ne peuvent pas être représentatifs des apports de ces additifs.

6.2.2. Évaluation de la résistance au perçage

6.2.2.1. Exemple de résultat brut d'un test de perçage

Le test de résistance au perçage permet de tracer pour un échantillon d'enduit une courbe décrivant la force de perçage en fonction de la profondeur. La figure 112 présente un exemple typique d'une courbe de résistance au perçage en fonction de la profondeur, tout en mettant en évidence les deux zones de résistance mécanique : la surface et l'intérieur. L'épaisseur des échantillons testés est de 5 mm. L'analyse des courbes de résistance au perçage des différentes formulations d'enduit testées met en évidence un comportement spécifique, caractérisé par deux zones de résistance mécanique bien distinctes : la surface, correspondant aux premiers 0,3 mm de l'enduit, où la résistance au perçage est significativement plus élevée ; et le corps interne de l'enduit, s'étendant de 0,3 à 5 mm, où la résistance au perçage est plus faible. Cela indique que l'enduit développe une plus grande résistance mécanique à sa surface par rapport à son intérieur, un critère favorable pour l'enduit puisque c'est la partie surfacique qui sera exposée aux différents chocs. Différents facteurs expliquent l'augmentation de la résistance à la surface : la technique d'application, notamment le talochage de l'enduit lors de l'application qui rend la surface moins poreuse et plus dense, augmentant ainsi sa résistance ; l'exposition directe à l'air qui favorise le durcissement de la surface par carbonatation. Il convient de noter que, lors des évaluations qualitatives de l'enduit par grattage, une couche plus résistante a également été observée à la surface.

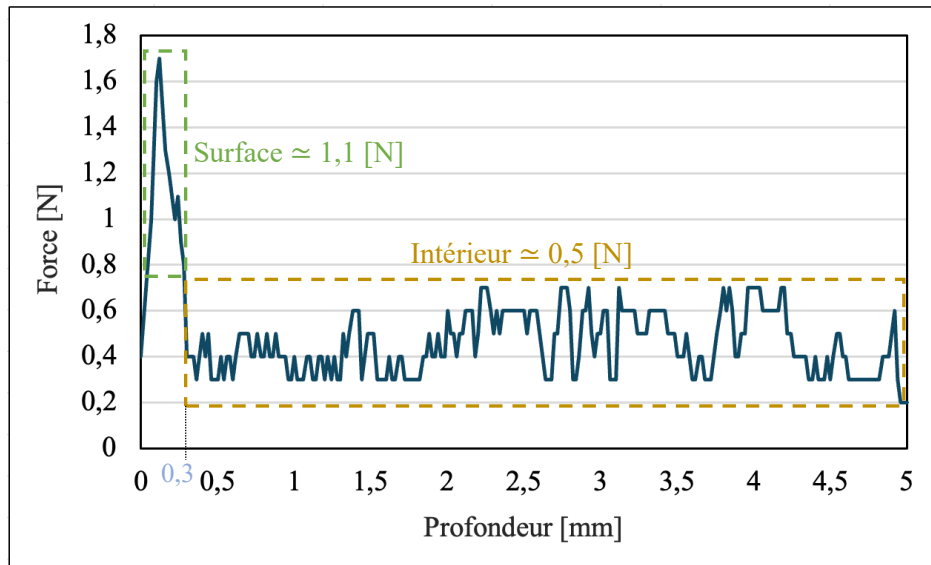


Figure 112 : Courbe typique de résistance au perçage en fonction de la profondeur, mettant en évidence les deux zones de résistance mécanique : la surface et l'intérieur

Dans la suite, les résultats obtenus lors des tests de résistance au perçage de chaque percement réalisé seront présentés en deux valeurs distinctes : la force de perçage de la surface et de l'intérieur, correspondant respectivement à la moyenne des forces de perçage calculées sur les premiers 0,3 mm et à la moyenne des forces calculées sur la profondeur allant de 0,3 à 5 mm. La moyenne globale de chaque formule testée est obtenue à partir de huit percements espacés de 3 cm.

6.2.2.2. Effet des additifs

L'enduit optimisé par l'ajout des additifs, manifeste lors des évaluations qualitatives une performance mécanique satisfaisante, lui permettant de conserver son intégrité structurale et de résister aux chocs. Cependant, les données relatives aux résistances mécaniques des échantillons cubiques et prismatiques indiquent que la formule optimale (OPT) développe une résistance mécanique nettement inférieure à celle de la formule de référence (REF). Les mesures de résistance au perçage ont été effectuées sur les échantillons d'enduit des formules OPT et REF afin d'évaluer leurs propriétés mécaniques dans les conditions réelles d'utilisation qui consistent en une couche fine d'environ 5 millimètres d'enduit, appliquée par talochage sur un support. Cela permettra également de comparer les performances mécaniques de ces deux formules selon leur forme, leurs dimensions et la technique utilisée pour leur préparation. La figure 113 présente la force de perçage de la surface et de l'intérieur des formules de référence (REF) et optimale (OPT), mesurées après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint.

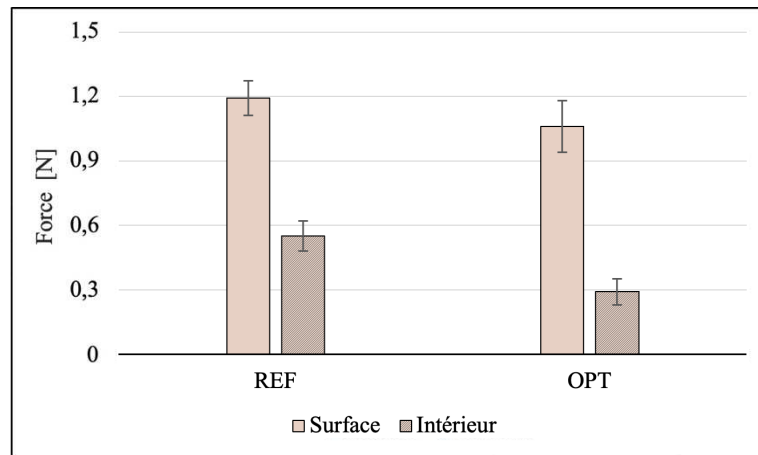


Figure 113 : La force de perçage de la surface et de l'intérieur des formules de référence (REF) et optimale (OPT), mesurées après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint

Selon les résultats de résistance au perçage des échantillons d'enduit des deux formules, la résistance mécanique est plus grande à la surface (0 à 0,3 mm) de l'enduit par rapport à son corps interne (0,3 à 5 mm). De plus, la formule OPT manifeste une performance mécanique à la surface équivalente à celle de la formule REF. L'augmentation de la résistance mécanique à la surface de la formule OPT peut être attribuée à plusieurs facteurs. Premièrement, l'écrasement des bulles d'air induit par l'agent entraîneur d'air lors de l'application. Deuxièmement, la compaction de la surface résultant de la pression exercée par l'outil d'application. Troisièmement, une intensification du processus de durcissement par carbonatation, la surface étant directement exposée à l'air. Pour la formule REF, seuls les deux derniers facteurs contribuent à l'augmentation de la résistance mécanique superficielle. La plus grande résistance mécanique au niveau de la surface de l'enduit optimisé justifie les performances mécaniques satisfaisantes constatées au cours des évaluations qualitatives. La résistance au perçage dans la zone interne (0,3 à 5 mm) de la formule optimale (OPT) demeure inférieure à celle de la formule REF, atteignant presque la moitié de sa valeur. Cette différence est attribuée à la porosité élevée de la formule OPT, résultant de l'incorporation des additifs tels que l'entraîneur d'air et le compensateur de retrait. Bien que la formule REF présente des performances mécaniques supérieures à celles de la formule OPT, l'enduit issu de cette formulation développe une fissuration importante et une faible adhérence au support, rendant son emploi inadapté pour un enduit fonctionnel. Cependant, le critère mécanique le plus important pour un enduit de finition est sa performance mécanique à la surface, qui constitue la zone directement exposée à l'environnement extérieur et aux différents chocs.

6.2.2.2.1 Effet du compensateur de retrait et de l'entraîneur d'air

L'ajout de compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) dans la composition de l'enduit influence la porosité du matériau et les propriétés mécaniques. La figure 114 présente la force de perçage de la surface et de l'intérieur mesurées après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint pour les formules : REF, +CR, +EA, OPT, -CR, -EA.

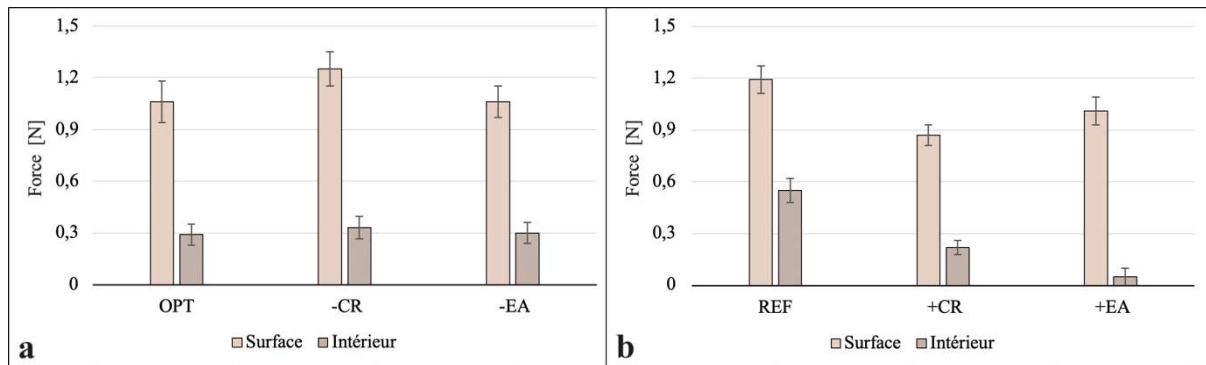


Figure 114 : (a) Effet de l'ajout de compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) dans la formule de référence (REF) sur la force de perçage de la surface et de l'intérieur; (b) Effet de l'exclusion du CR ou de l'EA de la formule optimale (OPT) sur la force de perçage de la surface et de l'intérieur. Tests réalisés après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint.

Pour l'ensemble de ces formules évaluées par le test de perçage, la résistance mécanique demeure toujours plus élevée à la surface (0 à 0,3 mm) de l'enduit par rapport à son corps interne (0,3 à 5 mm). L'intégration de compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) dans la formule de référence (REF) augmente la porosité de l'enduit ce qui réduit les propriétés mécaniques du matériau. Cependant, la diminution de la résistance mécanique est plus prononcée à l'intérieur du matériau par rapport à sa surface, pour les raisons mentionnées précédemment. L'intégration de CR dans la formule de référence entraîne une diminution plus significative de la résistance mécanique à la surface comparée à celle observée avec l'ajout de EA. Cette différence s'explique par le fait que les bulles d'air induites par le CR, étant générées après un certain temps, ne subissent pas de compression durant l'application, contrairement à celles produites par l'EA, qui sont totalement formées dès le mélange de l'enduit. En revanche, l'ajout de EA dans la formule de référence entraîne une diminution plus prononcée de la résistance mécanique à l'intérieur comparée à celle résultant de l'ajout de CR. Cette différence est due au fait que l'EA génère des bulles d'air de plus grosse taille et en plus grande quantité. Les essais de perçage réalisés sur la formule +EA révèlent une résistance mécanique tellement faible à l'intérieur que le capteur du système de perçage enregistre un nombre significatif de valeurs de résistance nulle à travers la profondeur de l'enduit. L'exclusion du compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) de la formule optimale (OPT) influence peu les propriétés mécaniques de l'enduit, car l'élimination de l'un de ces additifs laisse l'autre dans la composition, maintenant ainsi une porosité significative. Le test de résistance au perçage s'est avéré très utile pour identifier la pellicule de surface formée sur les premiers 0,3 mm de l'enduit. Cependant, les données concernant la résistance mécanique à l'intérieur de l'enduit sont assez bruitées et moins fiables, étant à la limite de mesure de l'appareil, qui se situe entre 1 et 100 N. Différents auteurs confirment cette observation en indiquant que l'interprétation des profils de perçage des mortiers tendres représente une tâche difficile [180, 181].

6.2.3. Évaluation de la dureté

6.2.3.1. Effet des additifs

Le duromètre a permis de mesurer la dureté superficielle pour les échantillons d'enduit de 5 mm d'épaisseur. La dureté est présentée en une valeur de dureté Leeb affichée sur l'appareil. Les mesures de dureté ont été effectuées sur les échantillons d'enduit des formules OPT et REF afin d'évaluer leurs propriétés mécaniques lorsqu'ils sont appliqués par talochage en une couche fine d'environ 5 millimètres sur un support. La figure 115 présente les valeurs de dureté de la formule de référence (REF) après 28 jours de durcissement, ainsi que celles de la formule optimale (OPT) après 28 jours et 3 mois de durcissement, toutes mesurées sur le support en bois peint.

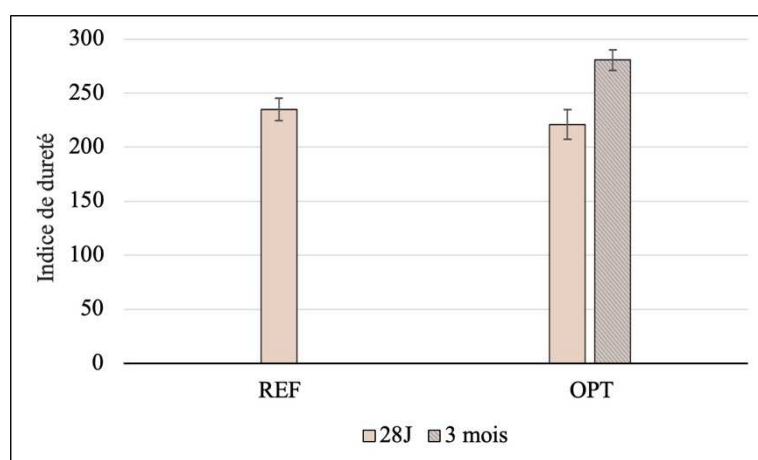


Figure 115 : Les valeurs de dureté de la formule de référence (REF) après 28 jours de durcissement et de la formule optimale (OPT) après 28 jours et 3 mois de durcissement, toutes mesurées sur le support en bois peint

Les mesures relatives aux tests de dureté sont corrélées avec celles de résistance au perçage à la surface. Après 28 jours de durcissement, la formule optimale (OPT) manifeste une performance mécanique à la surface équivalente à celle de la formule de référence (REF). Les données de dureté de la formule OPT confirment les performances mécaniques satisfaisantes constatées lors des évaluations qualitatives. Cette observation suggère que la norme actuelle reposant sur des tests mécaniques sur cube et prismes ne serait pas discriminante pour les enduits fins de finition. Il faut noter que l'enduit mince de finition développé dans cette étude est taloché lors de son application. Ce talochage écrase une importante portion des bulles d'air générées par l'entraîneur d'air, ce qui réduit significativement la porosité, et améliore donc la résistance mécanique. Ce talochage ne peut pas être reproduit sur les formes épaisses et moulées telles que les cubes et les prismes, ce qui pourrait rendre le matériau significativement plus faible mécaniquement et ainsi sous-estimer les propriétés de l'enduit dans ses conditions réelles d'application. Le protocole expérimental de test de dureté implique l'application d'un choc mécanique d'amplitude constante à la surface du matériau, ce qui simule dans une certaine mesure

une partie des sollicitations auxquelles l'enduit est susceptible d'être exposé. Toutefois, il convient de souligner que la taille de l'impacteur utilisé dans l'appareil de dureté (environ 2 mm de diamètre) est relativement petite en comparaison avec les différents objets pouvant exercer un choc sur l'enduit. Ainsi, dans le contexte des matériaux tendres tels que les enduits à la chaux, l'évaluation des propriétés mécaniques au moyen de l'essai de dureté est recommandée en raison de sa grande sensibilité et de sa simplicité d'exécution. Le test réalisé sur la formule OPT après 3 mois de durcissement révèle que la dureté de l'enduit continue d'augmenter avec le temps, indiquant ainsi que le processus de carbonatation se poursuit au moins trois mois.

6.2.3.1.1 Effet du compensateur de retrait et de l'entraîneur d'air

L'incorporation de compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) dans la composition de l'enduit induit une modification de la porosité du matériau, influençant ainsi ses propriétés mécaniques. Afin d'évaluer et de quantifier l'effet de l'ajout de chacun de ces deux additifs sur la dureté de l'enduit de référence, ainsi que l'effet de l'exclusion de ces deux additifs de l'enduit optimisé, six formules ont été testées. La figure 116 présente les valeurs de dureté après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint pour les formules : REF, +CR, +EA, OPT, -CR, -EA.

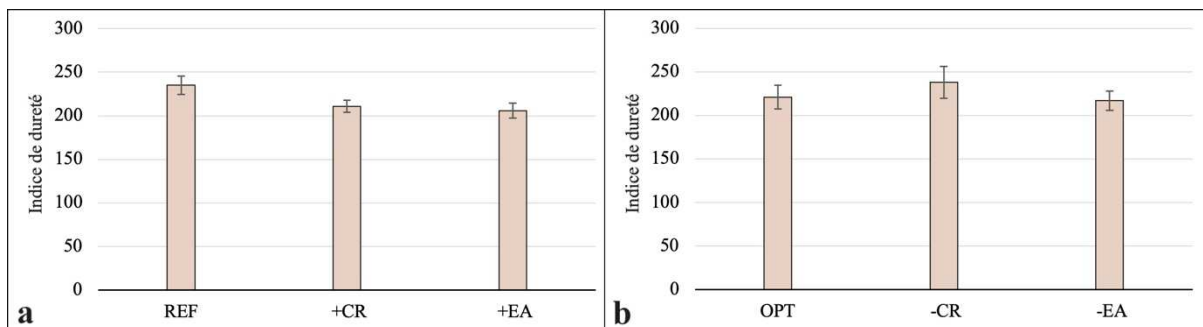


Figure 116 : Les valeurs de dureté après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint pour les formules : REF, +CR, +EA, OPT, -CR, -EA

D'après les données issues des tests de dureté pour les différentes formules, les valeurs de dureté sont du même ordre pour l'ensemble des formules. Cette observation indique que l'intégration de compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) dans la formule de référence (REF) ainsi que leur exclusion de la formule optimale ont peu d'effet sur la performance mécanique de la surface.

6.3. Synthèse et apports de l'évaluation des performances mécaniques

L'utilisation de la poudre de tuffeau dans un mortier ou un enduit à la chaux aérienne contribue à l'amélioration de leurs propriétés mécaniques grâce à l'activité pouzzolanique induite par la présence d'environ 30 % de silice amorphe et 10 % de minéraux argileux dans la composition de la poudre de tuffeau. À 28 jours, le mortier à base de poudre de tuffeau sans additifs, qui a pu se densifier après avoir effectué un retrait libre, présente une résistance à la compression cinq fois supérieure à celle du mortier à base de sable calcaire, témoignant de la réaction pouzzolanique dans ce matériau. L'évaluation des performances mécaniques sur les échantillons cubiques et prismatiques, de plusieurs centimètres d'épaisseur, indique que la formulation optimisée par l'ajout des additifs présente des résistances mécaniques nettement inférieures à celles de la formulation sans additifs. Cependant, les mesures obtenues par les tests de dureté et de perçage réalisés sur les échantillons d'enduit de seulement quelques millimètres d'épaisseur appliqués sur un support, indiquent que les deux formulations présentent des performances mécaniques équivalentes à leur surface. Les mesures de résistance au perçage révèle que l'enduit manifeste deux zones de résistance mécanique bien distinctes : la surface où la résistance est significativement plus élevée ; et le corps interne où la résistance est plus faible. Différents facteurs expliquent l'augmentation de la résistance à la surface : le lissage et la compaction de l'enduit lors de l'application qui rend la surface moins poreuse et plus dense ; l'exposition directe à l'air qui favorise la carbonatation.

Le développement d'une résistance mécanique plus élevée en surface est un critère avantageux pour l'enduit, étant donné que c'est la surface qui sera principalement exposée aux différents chocs. De plus, cela explique les appréciations relatives aux performances mécaniques constatées lors des évaluations qualitatives. L'ajout de superplastifiant (SP) augmente les performances mécaniques en raison de la diminution de la quantité d'eau de gâchage. En revanche, l'ajout de l'agent colloïdal diminue les performances mécaniques en raison de l'augmentation de la quantité d'eau. L'intégration de compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) dans la composition de l'enduit augmente la porosité ce qui diminue les performances mécaniques. Cette diminution des résistances mécaniques est plus prononcée lors de l'ajout de EA. Cependant, le talochage de l'enduit par l'outil lors de l'application écrase une fraction des bulles d'air induites par cet additif. Un point faible pour l'enduit est sa vulnérabilité notable à l'eau liquide, entraînant une réduction de ses performances mécaniques. Il est donc nécessaire de protéger l'enduit de l'eau liquide ou de modifier ses propriétés lorsqu'il est destiné à des applications extérieures exposées à la pluie. Enfin, l'évaluation des performances mécaniques de la formulation développée sur des échantillons de formes normalisées ne constitue pas une approche d'évaluation suffisante, compte tenu de la divergence significative entre les conditions de test prescrites par les normes et les conditions effectives d'utilisation. Des analyses supplémentaires sont requises pour approfondir l'évaluation des performances mécaniques de l'enduit. L'évaluation de la dureté se révèle être la méthode la plus appropriée pour évaluer les performances mécaniques des enduits de finition. Il

apparaît pertinent et nécessaire de conduire une étude complémentaire qui évaluerait la dureté de différents enduits de finition déjà utilisés dans des travaux de construction. Cette démarche permettrait de positionner les performances mécaniques de dureté de l'enduit développé avec des matériaux semblables.

Conclusion générale

La réhabilitation thermique des bâtiments anciens en pierre implique un défi majeur : la conservation de leur aspect esthétique d'origine. Ce sujet complexe génère des débats et des désaccords parmi les acteurs de patrimoine. Dans la région Centre-Val de Loire, de nombreux bâtiments sont construits en pierre de tuffeau. Ces bâtiments sont souvent mal isolés avec une consommation d'énergie relativement élevée. Dans ce contexte, le projet RESPECT a été proposé pour répondre à une partie de cette problématique. Ce projet, financé par la région Centre-Val de Loire, vise à développer un enduit de finition respectueux de l'environnement et capable de reproduire au plus près l'esthétique des parois des bâtiments anciens en pierre de tuffeau après l'installation d'une isolation appropriée. Afin d'atteindre l'aspect esthétique recherché tout en contribuant à la réduction de l'impact environnemental des enduits fins, et surtout pour limiter la surexploitation des ressources minérales, l'enduit est principalement formulé avec de la poudre de tuffeau et de la chaux aérienne. En effet, la poudre de tuffeau est un déchet minéral de carrière généré lors du sciage des blocs de pierre de taille, et la chaux aérienne est un liant avec un impact environnemental réduit par rapport au ciment. En plus de l'aspect esthétique, l'enduit doit répondre à plusieurs critères essentiels pour assurer son application, sa tenue en place et son intégrité structurelle. À l'état frais, il doit manifester une bonne maniabilité et une adhérence efficace pour faciliter l'application et obtenir une finition uniforme. Une fois durci, il doit présenter un retrait minimal sans fissuration, une bonne adhérence, et des performances mécaniques suffisantes pour résister aux chocs de la vie quotidienne. La vérification et l'évaluation de ces critères reposent sur une approche multidisciplinaire qui associe l'expertise qualitative des partenaires professionnels dans le domaine des enduits (l'entreprise VEGA Industries et le cabinet d'architecture BHPR) à l'objectivité quantitative de l'approche scientifique.

Dans une première phase, la proportion optimale de chaux dans l'enduit a été déterminée en cherchant à répondre au mieux aux exigences définies préalablement. Une proportion massique de 15 % de chaux s'est avérée être la plus appropriée, étant celle qui satisfait le mieux aux critères esthétiques et mécaniques simultanément. Cependant, la forte porosité de la poudre de tuffeau, sa grande capacité d'absorption d'eau et la finesse de ses particules entraînent des problèmes pour l'enduit : une forte demande en eau qui se traduit par un retrait de dessiccation significatif accompagné de fissuration et de perte d'adhérence ; une consistance dense à l'état frais qui engendre une maniabilité modérée. Il a donc été impératif d'améliorer la formulation de l'enduit pour surmonter ces problèmes et satisfaire aux différents critères de la profession. L'amélioration de la formulation a été effectuée par l'intégration de quatre additifs : un superplastifiant (SP) réduisant la forte demande en eau ; un compensateur de retrait (CR) minimisant le retrait et limitant l'apparition de fissures et la perte d'adhérence ; un entraîneur d'air

(EA) améliorant la maniabilité et facilitant l'application sur le support ; un agent colloïdal (AC) améliorant l'adhérence de l'enduit frais au support.

La détermination du dosage optimal des additifs a été effectuée au moyen d'une analyse qualitative de différentes formulations, appliquées en couche d'environ 5 mm d'épaisseur sur un support à l'aide d'une taloche en suivant l'approche professionnelle des applicateurs de l'entreprise VEGA. Cette analyse s'est appuyée sur l'évaluation des effets de concentrations variables de chaque additif sur la maniabilité et l'adhérence de l'enduit frais sur son support, ainsi que sur le retrait de l'enduit durci, caractérisé par la fissuration et la perte d'adhérence. A l'issue de cette campagne de recherche du dosage massique optimal pour chaque additif, les valeurs suivantes (pourcentage par rapport à la matière sèche) ont été retenues : 0,37 % pour le SP ; 0,22 % pour le CR ; 0,10 % pour l'EA ; 0,10 % pour l'AC. Ainsi, une formulation satisfaisante a été obtenue avec un retrait minimal sans fissuration, une bonne adhérence, une bonne maniabilité et des performances mécaniques suffisantes. Chacun de ces additifs joue un rôle indispensable dans la satisfaction des exigences nécessaires pour l'enduit.

Une seconde campagne expérimentale a ensuite été menée, cette fois pour préciser quantitativement le rôle et l'impact de chaque additif. La maniabilité a été évaluée à l'aide des tests de la table à choc et du fall-cone. La table à choc s'est avérée insuffisante pour identifier la bonne consistance ou pour distinguer les effets de certains additifs sur la maniabilité, qui pourtant étaient clairement perceptibles lors de l'application. Le fall-cone a permis de quantifier l'impact de chaque additif sur la consistance et la maniabilité, soulignant ainsi l'efficacité de l'agent entraîneur d'air dans l'amélioration de la maniabilité observée pour l'enduit optimisée par l'ajout des additifs. Ces résultats ont permis également de noter l'importance de la complémentarité des deux tests pour l'étude du comportement l'état frais des enduits.

L'adhérence à l'état frais a été évaluée sur différents supports d'application grâce à un protocole expérimental innovant qui a été conçu et développé dans le cadre de cette thèse. Ce nouveau protocole expérimental repose sur un test réalisé à l'aide d'une presse et le principe de la tension de surface. Ce test intègre des mesures quantitatives telles que la force nécessaire pour détacher l'enduit de différents matériaux et son évolution dans le temps. Il prend également en compte la quantité de matière résiduelle sur l'outil d'application et sur le support après le décollement de l'enduit frais. Les mesures obtenues se sont révélées reproductibles et fiables, offrant ainsi une base solide pour évaluer l'adhérence de l'enduit à l'état frais. Le test a permis de caractériser efficacement le comportement d'adhérence de l'enduit frais à travers quatre paramètres mesurables. Parmi ces paramètres, le résidu a constitué le paramètre le plus pertinent pour évaluer l'adhérence, car il est possible d'établir un critère de satisfaction à partir de cette seule mesure : l'enduit doit laisser sur le support un résidu suffisamment faible (inférieur à 2 %), mais pas inexistant (supérieur à 0,2 %). De manière inattendue, il s'est avéré que la contrainte d'adhérence maximale constitue le paramètre le moins critique dans l'évaluation de l'adhérence à l'état

frais. Bien que sa valeur puisse révéler une adhérence insuffisante, elle ne permet pas d'indiquer une adhérence excessive. L'enduit optimal présente une bonne adhérence, une bonne maniabilité, il est facile à étaler sur le support sans coller excessivement à l'outil, et assure une adhérence suffisante pour rester fermement en place. L'ajout de superplastifiant (SP) augmente excessivement l'adhérence, ce qui génère une consistance très collante et laisse un résidu élevé sur l'outil, ce qui rend son application difficile. L'agent colloïdal est l'additif le plus critique pour obtenir une bonne adhérence à l'état frais, le rendant ainsi indispensable pour améliorer l'adhérence initiale au support. L'intégration conjointe de l'AC avec le SP permet d'atteindre une adhérence optimale, ni excessive, ce qui entraînerait la rupture du matériau et un résidu important, ni insuffisante, ce qui empêcherait le matériau de coller efficacement au support.

L'enduit optimal manifeste une bonne adhérence à l'état frais quel que soit le type de support, à condition que ce dernier ne présente pas de problème d'absorption importante d'eau. La pré-humidification des supports poreux présentant une grande capacité d'absorption d'eau est une étape essentielle pour garantir une bonne liaison adhésive pendant l'application. Parmi les matériaux supports étudiés, la plaque de plâtre BA13 peinte constitue un support adapté pour une application à l'intérieur, tandis que l'enduit d'accroche est le meilleur choix pour une application extérieure. L'augmentation ou la diminution de la teneur en eau de gâchage optimale (48 % d'après la table à choc) impacte négativement l'efficacité de l'adhérence, générant soit une adhérence excessivement élevée, soit insuffisamment faible.

La formulation améliorée par l'ajout des additifs résout le problème principal de l'enduit qu'est l'importante fissuration liée au retrait de dessiccation. Le compensateur de retrait (CR) joue un rôle majeur dans la diminution de retrait. La méthode de pesée hydrostatique a été utilisée pour caractériser et quantifier l'effet du compensateur de retrait sur les variations de volume du matériau. Dans les conditions de ce test et à une température de 20°C, l'enduit commence à gonfler dès la fin du malaxage et continue pendant une durée d'environ quatre heures, atteignant un gonflement final de 18 %. Le changement de la concentration de CR ne modifie pas significativement la cinétique de gonflement. Cependant, l'amplitude du gonflement est directement proportionnelle à la concentration de CR. Par ailleurs, la température a un impact significatif sur la cinétique de gonflement. L'augmentation de la température accélère la vitesse de la réaction chimique. Le gonflement maximal est atteint en environ deux heures à 30 °C, quatre heures à 20 °C, et dix heures à 10 °C.

Le retrait diamétral a été mesuré sur des échantillons d'enduit de 7 mm et 14 mm d'épaisseur. Globalement, le retrait a été du même ordre pour les deux épaisseurs. L'enduit optimal manifeste un retrait diamétral significativement plus faible que celui de l'enduit sans additifs, passant d'environ 5 % à 2,5 %. Cette diminution a limité efficacement la formation de fissures sur la surface de l'enduit. Le retrait de la formulation optimisée est comparable à celui d'un enduit avec la même proportion de chaux

mais formulé avec le sable calcaire, un granulats qui ne pose généralement pas de problèmes de fissuration par retrait de dessiccation, contrairement à la poudre de tuffeau dont les grains sont très poreux. Le superplastifiant (SP) et l'entraîneur d'air (EA) entraînent une légère diminution du retrait, qui reste pourtant insuffisante pour empêcher seule la fissuration. L'agent colloïdal (AC) provoque une légère augmentation du retrait, due à l'augmentation de la demande en eau. Le compensateur de retrait (CR) joue donc un rôle crucial dans la réduction du retrait, soulignant ainsi la nécessité de cet additif pour minimiser le problème de retrait et de fissuration. Cependant, le CR utilisé commence à agir dès le contact avec l'eau et une partie significative du gonflement se produit alors que le retrait n'a pas encore commencé, ce qui entraîne une certaine perte d'efficacité. L'évaluation de l'effet des conditions climatiques sur le retrait indique que l'humidité relative pendant les premiers jours (un à deux jours) suivant l'application de l'enduit est le paramètre qui influence le plus le retrait. L'augmentation de l'humidité durant la cure contribue donc à diminuer le retrait.

L'effet de la température sur le retrait s'est avéré nettement inférieur à celui de l'humidité. Cependant, la diminution de la température permet une meilleure synchronisation entre le retrait de dessiccation et le gonflement induit par le CR, ce qui réduit également le retrait. Les conditions climatiques optimales pour l'application de l'enduit sont des températures inférieures ou égales à 20 °C et surtout de hauts niveaux d'humidité relative, autour de 80 %. Ainsi, il est recommandé d'éviter l'application de l'enduit dans des conditions de températures élevées et/ou de faibles humidités relatives.

L'adhérence à l'état durci sur différents supports d'application a été évaluée au moyen de tests de traction directe effectués avec une presse. L'enduit sans additifs présente une adhérence très faible, voire nulle dans de nombreux cas, en raison de l'important retrait de dessiccation induisant un décollement avant la réalisation du test. L'enduit amélioré par l'ajout d'additifs présente une bonne adhérence par rapport à l'enduit sans additifs, assurant le maintien de l'enduit sur les surfaces verticales. Le superplastifiant (SP), l'entraîneur d'air (EA) et l'agent colloïdal ne suffisent pas pour obtenir une amélioration mesurable de l'adhérence de l'enduit durci, à cause de la persistance d'un retrait significatif. En revanche, l'intégration de compensateur de retrait (CR) a amélioré l'adhérence de l'enduit en raison de la diminution significative du retrait de dessiccation. L'enduit optimal développe une bonne adhérence quel que soit le type de support, à condition que ce dernier ne présente pas de problème d'absorption d'eau. Tout comme pour l'adhérence de l'enduit à l'état frais, la pré-humidification des supports poreux présentant une grande capacité d'absorption d'eau est une étape essentielle pour garantir une bonne liaison adhésive de l'enduit à l'état durci. Parmi les matériaux supports étudiés, la plaque de plâtre BA13 peinte constitue un choix pratique et efficace pour une application intérieure, tandis que l'enduit d'accroche demeure le meilleur choix pour une application extérieure.

L'évaluation des performances mécaniques de la formulation développée a été effectuée sous deux aspects : des échantillons d'enduit de seulement quelques millimètres d'épaisseur appliqués sur un

support, et des échantillons normalisés de plusieurs centimètres d'épaisseur de forme cubique et prismatique. Les mesures obtenues par les essais de dureté sur les échantillons d'enduit montrent que l'enduit optimal développe une performance mécanique satisfaisante à sa surface. Les mesures obtenues par les tests de résistance au perçage, également effectuées sur les échantillons d'enduit fin, révèlent que l'enduit présente deux zones de résistance mécanique distinctes : la surface où la résistance est plus élevée et le corps interne où la résistance est plus faible. L'augmentation de la résistance à la surface est due au lissage et à la compaction de l'enduit lors de l'application, ce qui rend la surface plus dense, ainsi qu'à l'exposition directe à l'air qui favorise la carbonatation. Le développement d'une résistance mécanique plus élevée à la surface est un critère bénéfique pour l'enduit, étant donné que c'est la surface qui sera principalement exposée aux potentiels chocs. Les données obtenues lors de ces deux tests justifient les appréciations relatives aux performances mécaniques observées lors des évaluations qualitatives.

L'évaluation des performances mécaniques sur les échantillons cubiques et prismatiques a permis d'affirmer l'amélioration des propriétés mécaniques obtenue grâce à l'activité pouzzolanique induite par la présence d'environ 30 % de silice amorphe et 10 % de minéraux argileux dans la composition de la poudre de tuffeau. Cependant, les cubes et les prismes préparés avec la formulation optimisée se sont avérés significativement moins performants que ceux de la formulation sans additifs. Cette différence par rapport aux échantillons d'enduit s'explique par la technique de préparation des échantillons qui n'écrase pas les bulles d'air générées par l'entraîneur d'air, contrairement au talochage de l'enduit sur son support, par la différence dans le gradient de dessiccation qui dépend de l'épaisseur, et enfin par le fait que le retrait se fait librement sur un échantillon moulé alors qu'il est contraint lorsque l'enduit est appliqué sur un support. Ainsi, un enduit moulé qui subit un fort retrait libre se densifie et s'améliore mécaniquement, alors que le même matériau appliqué sur support se serait désolidarisé par fissuration à cause du retrait. L'ajout de chacun des additifs modifie les propriétés mécaniques. Le superplastifiant (SP) augmente les performances mécaniques en raison de la diminution de la quantité d'eau de gâchage. En revanche, l'agent colloïdal diminue les performances mécaniques en raison de l'augmentation de la quantité d'eau. L'intégration d'un compensateur de retrait (CR) ou d'un entraîneur d'air (EA) dans la composition de l'enduit augmente la porosité, ce qui diminue les performances mécaniques. Un point faible pour l'enduit est sa vulnérabilité notable à l'eau liquide, qui entraîne une réduction de ses performances mécaniques.

Durant les évaluations des différentes performances de l'enduit proposé, nous nous sommes assez rapidement rendu compte que les normes proposées aujourd'hui ne prennent pas en compte l'application des enduits et les caractéristiques et exigences de leur mise en œuvre. Un écart notable persiste entre les normes actuelles et les exigences contemporaines des matériaux de construction innovants. Les essais menés permettent d'observer des incohérences entre les exigences qualitatives de la profession et le respect de certaines normes, particulièrement en raison des divergences significatives

entre les conditions normatives des tests et les conditions d'application réelles. Voici une sélection d'exemples pertinents identifiés lors de cette étude. Selon la norme, un mortier à la chaux aérienne devrait présenter un diamètre d'étalement à la table à choc de $16,5 \pm 0,3$ cm pour garantir une bonne maniabilité. La formulation optimisée et la formulation sans additifs présentent toutes deux une demande en eau et un diamètre d'étalement identiques. Cependant, la formulation optimisée se distingue par sa haute maniabilité, contrairement à la formulation sans additifs qui, malgré sa conformité avec la norme de consistance de la table à chocs pour les mortiers à la chaux, présente une maniabilité insuffisante pour une application en condition réelle. D'où l'utilisation d'un test complémentaire, le fall-cone, qui a permis de quantifier clairement les différences entre les deux formulations. Les normes actuelles ne proposent aucune spécification ni méthode de test pour évaluer l'adhérence à l'état frais des mortiers et enduits. Toutefois, le comportement d'adhérence de ces matériaux à l'état frais représente un paramètre essentiel pour valider leur efficacité opératoire. Enfin, selon la norme, un mortier monocouche doit présenter à 28 jours une résistance à la compression située entre 1,5 MPa et 5 MPa. D'après les essais sur les échantillons cubiques, la formulation optimisée développe une résistance à la compression d'environ 1 MPa, une valeur nettement inférieure à celle requise par la norme et inférieure à celle de la formulation sans additifs. Cependant, des tests de dureté et de résistance mécanique de surface ont montré que lorsque la formulation optimisée est appliquée en tant qu'enduit fin, elle développe une résistance mécanique équivalente à celle de la formulation sans additifs. Ces tests proposés dans cette étude sont complémentaires et importants pour une aide à la décision plus pertinente pour les enduits fins.

Perspectives

L'enduit développé dans cette recherche a permis de proposer une solution pratique pour la réhabilitation thermique des bâtiments en pierre de tuffeau. L'enduit présente de bonnes performances à l'état frais et durci qui satisfont aux critères de la profession, selon les experts du domaine. Toutefois, les différentes évaluations ont révélé certaines faiblesses qui méritent une amélioration plus poussée pour atteindre une efficacité maximale.

Les mesures de performances mécaniques indiquent clairement que la résistance mécanique de l'enduit se dégrade considérablement au contact de l'eau liquide. Ainsi, il est essentiel de protéger l'enduit contre l'eau liquide lorsqu'il est utilisé à l'extérieur et non abrité. Une solution efficace serait l'utilisation d'un additif hydrofuge en masse qui diminuerait l'absorption d'eau de l'enduit. Une étude préliminaire sur l'emploi d'un hydrofuge en masse a été effectuée, mais les résultats ont été insatisfaisants pour plusieurs raisons : l'altération significative de l'esthétique de l'enduit par la formation à la surface d'une couche très blanche et brillante ; l'apparition de petites taches blanches sur la surface de l'enduit.

Les différentes performances évaluées dans cette thèse représentent des propriétés à court terme nécessaires pour la validation des critères recherchés pour l'enduit. Cependant, l'évaluation et la caractérisation d'autres propriétés, notamment les propriétés hydriques (telles que la porosité, la perméabilité, la capillarité et la rétention d'eau), sont essentielles pour mieux comprendre le comportement de l'enduit, son apport pour le confort hygrothermique de l'habitat si utilisé en intérieur, l'effet des additifs, ainsi que pour évaluer sa durabilité. La réalisation d'une étude approfondie sur la durabilité est nécessaire. L'évaluation des performances de l'enduit à long terme est indispensable pour assimiler son comportement face aux différents risques éventuels. L'analyse de la réaction de l'enduit aux cycles de gel-dégel, à l'humidification-séchage, ainsi qu'aux attaques de sels, constituera un critère déterminant pour juger de sa durabilité dans le cas d'une application en extérieur.

L'efficacité de l'action du compensateur de retrait peut être significativement améliorée. À une température moyenne de 20 °C, le CR utilisé dans la formulation de l'enduit commence à agir dès le malaxage et continue pendant environ 4 heures, ce qui entraîne un défaut de synchronisation entre le gonflement et le retrait de dessiccation. Ainsi, une autre variété de CR, avec une amplitude similaire mais qui débute son action 2 heures après le malaxage et continue pendant un temps beaucoup plus long que le CR utilisé, permettrait une meilleure synchronisation entre le gonflement et le retrait, ce qui diminuerait davantage le retrait et améliorerait ainsi les performances de l'enduit.

Un dernier paramètre qui peut être amélioré concerne la proportion de chaux. L'étude de pré-formulation a révélé que les mélanges contenant 20 % de chaux développent une performance

mécanique supérieure à ceux avec 15 % sélectionnés. Cependant, l'enduit à 20 % de chaux présente une teinte plus blanche et un aspect esthétique qui s'éloigne légèrement de l'aspect recherché de la pierre de tuffeau. Il sera judicieux de mener une étude plus détaillée de l'esthétique et de la couleur pour les proportions de chaux situées entre 15 % et 20 %. Cette investigation permettra d'améliorer les performances mécaniques si, dans cet intervalle, il existe une proportion de chaux qui ne compromet pas l'esthétique recherchée. Une analyse physico-chimique utilisant des tests tels que la diffraction des rayons X (DRX), la mesure du pH, la thermogravimétrie (TGA), la porosimétrie au mercure et la chromatographie ionique apportera des données pertinentes pour comprendre les interactions entre les différents composants de l'enduit, notamment les additifs. Cette étude permettra d'évaluer l'impact des additifs utilisés sur la vitesse de prise, la réaction pouzzolanique, et la carbonatation.

Références

- [1] Rhodium Group, December 2022. Global greenhouse gas emissions: 1990 – 2020 and preliminary 2021 estimates.
- [2] Citepa, Juin 2022. Inventaire des émissions de polluants atmosphériques et de gaz à effet de serre en France – Format secten.
- [3] Direction régionale de l’environnement, de l’aménagement et du logement, Décembre 2022. Panorama sur l’énergie en région Centre-Val de Loire.
- [4] Ministère de la transition énergétique et I4CE, Décembre 2022. Datalab – Chiffres clés du climat – France, Europe et Monde.
- [5] BBKA, Mars 2023. Référentiel de labellisation des bâtiments neufs V4.1.
- [6] J. Fořt, E. Vejmelková, D. Koňáková, N. Alblová, M. Čáchová, M. Keppert, P. Rovnaníková, R. Černý. (2018). Application of waste brick powder in alkali activated aluminosilicates: Functional and environmental aspects. *Journal of Cleaner Production*, volume 194, Pages 714–725, ISSN 0959-6526, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.05.181>.
- [7] CEMBUREAU, 2022. Activity report of 2022.
- [8] World Business Council for Sustainable Development (WBCSD-CSI). Cement industry energy and CO2 performance ‘Getting the Numbers Right’, Washington, DC, 2009.
- [9] R.M. Andrew. (2018). Global CO2 emissions from cement production, 1928–2017, *Earth System Science Data*, 10, 195–217. <https://doi.org/10.5194/essd-10-195-2018>.
- [10] A.M. Forster, J. Válek, J.J. Hughes, N. Pilcher. (2020). Lime binders for the repair of historic buildings: considerations for CO2 abatement, *Journal of Cleaner Production*, Volume 252, 119802, ISSN 0959-6526, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119802>.
- [11] Insee Références, édition 2017 - Fiches - Parc de logements, SOeS-DGFiP, Filocom 2013, LOG-FRA17f3_F1.3.
- [12] Ambitions 2020 - Plan Climat Energie Régional : Annexe 1 du Schéma Régional d'Aménagement et de Développement Durable du Territoire de la région Centre, 2013
- [13] Source: Eurostat, https://ec.europa.eu/eurostat/statisticsexplained/index.php?title=Waste_statistics#Total_waste_generation.

- [14] B. Menadi, S. Kenai, J. Khatib, A. Aït-Mokhtar. (2009). Strength and durability of concrete incorporating crushed limestone sand, *Construction and Building Materials*, Volume 23, Issue 2, Pages 625-633, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.02.005>.
- [15] K. Beck. (2006). Étude des propriétés hydriques et des mécanismes d'altération de pierres calcaires à forte porosité, Thèse Université d'Orléans, 226 p.
- [16] K. Beck et M. Al-Mukhtar. (2008). Formulation and characterization of an appropriate lime-based mortar for use with a porous limestone. *Environmental Geology*, 56(3-4), 715-727. <https://doi.org/10.1007/s00254-008-1299-8>.
- [17] K. Beck, X. Brunetaud, J.D. Mertz, M. Al-Mukhtar. (2010). On the use of eggshell lime and tuffeau powder to formulate an appropriate mortar for restoration purposes. *Geological Society of London Special Publications SP 2010*; 331, 137-145. <https://doi.org/10.1144/SP331.12>.
- [18] Z. Pavlík, M. Vyšvařil, M. Pavlíková, T. Žižlavský, M. Záleská, A. Pivák. (2023). Lightweight mortars with chalcedonite – Towards functional and durable materials for repair of historical masonry, *Journal of Building Engineering*, Volume 79, 107841, ISSN 2352-7102, <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2023.107841>.
- [19] T. Žižlavský, M. Vyšvařil, P. Bayer. (2023). Chalcedonite aggregate in lime mortars: Assessment of strength, microstructure, and durability, *Materials Today: Proceedings*, ISSN 2214-7853, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.06.096>.
- [20] D.R. Tămaş-Gavrea, T.O. Dénes. (2020). Mechanical, Thermal and Acoustical Properties of an Innovative Lime-Wool Composite, *Procedia Manufacturing*, Volume 46, Pages 402-409, ISSN 2351-9789, <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2020.03.059>.
- [21] S. Andrejkovičová, A.L. Velosa, F. Rocha. (2013). Air lime–metakaolin–sepiolite mortars for earth based walls, *Construction and Building Materials*, Volume 44, Pages 133-141, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.03.008>.
- [22] B. Ismail. (2020). Contribution au développement et optimisation d'un système composite biosourcé-enduit de protection pour l'isolation thermique de bâtiment, Thèse Université d'Orléans.
- [23] Z. Pavlík, M. Pavlíková, M. Záleská, M. Vyšvařil, T. Žižlavský. (2020). Lightweight thermal efficient repair mortars with expanded glass (EG) for repairing historical buildings: The effect of binder type and EG aggregate dosage on their performance, *Energy and Buildings*, Volume 276, 112526, ISSN 0378-7788, <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2022.112526>.

- [24] F. Rebelo, A. Figueiredo, R. Vicente, R.M.S.F. Almeida, H. Paiva, V.M. Ferreira. (2024). Development of innovative mortars incorporating phase change materials and by-products for high performance radiant floor systems, *Construction and Building Materials*, Volume 420, 135488, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.135488>.
- [25] R. Al Thib, N. Belayachi, M.E. Bouarroudj, D. Bulteel, S. Rémond. (2023). A methodology for designing 3D printable mortar based on recycled sand. *Materials and Structures* 56, 165. <https://doi.org/10.1617/s11527-023-02251-4>.
- [26] M. Bederina, Z. Makhloufi, A. Bounoua, T. Bouziani, M. Quéneudec. (2013). Effect of partial and total replacement of siliceous river sand with limestone crushed sand on the durability of mortars exposed to chemical solutions, *Construction and Building Materials*, Volume 47, Pages 146-158, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.05.037>.
- [27] B. Menadi, S. Kenai, J. Khatib, A. Aït-Mokhtar. (2009). Strength and durability of concrete incorporating crushed limestone sand, *Construction and Building Materials*, Volume 23, Issue 2, Pages 625-633, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.02.005>.
- [28] M. Gesoğlu, E. Güneyisi, M.E. Kocabağ, V. Bayram, K. Mermerdaş. (2012). Fresh and hardened characteristics of self compacting concretes made with combined use of marble powder, limestone filler, and fly ash, *Construction and Building Materials*, Volume 37, Pages 160-170, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.07.092>.
- [29] M. Galetakis, G. Alevizos, K. Leventakis. (2012). Evaluation of fine limestone quarry by-products, for the production of building elements – An experimental approach, *Construction and Building Materials*, Volume 26, Issue 1, Pages 122-130, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.05.011>.
- [30] F. Iucolano, B. Liguori, D. Caputo, F. Colangelo, R. Cioffi. (2013). Recycled plastic aggregate in mortars composition: Effect on physical and mechanical properties, *Materials & Design* (1980-2015), Volume 52, Pages 916-922, ISSN 0261-3069, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.06.025>.
- [31] J. Silva, J. de Brito, R. Veiga. (2009). Incorporation of fine ceramics in mortars, *Construction and Building Materials*, Volume 23, Issue 1, Pages 556-564, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.10.014>.
- [32] R.V. Silva, J. de Brito, R. Neves, R. Dhir. (2015). Prediction of chloride ion penetration of recycled aggregate concrete, *Materials Research*. 18. 427-440, <https://doi.org/10.1590/1516-1439.000214>.
- [33] D. Talamona, K.H. Tan. (2012). Properties of recycled aggregate concrete for sustainable urban built environment, *Journal of Sustainable Cement-Based Materials*. 1. 202-210., <https://doi.org/10.1080/21650373.2012.754571>.

- [34] R. Jin, B. Li, A. Elamin, S. Wang, O. Tsioulou, D. Wanatowski. (2018). Experimental investigation of properties of concrete containing recycled construction wastes, *International Journal of Civil Engineering*. 16 (11) (2018) 1621–1633, <https://doi.org/10.1007/s40999-018-0301-4>.
- [35] Y. Zhao, J. Gao, C. Liu, X. Chen, Z. Xu. (2020). The particle-size effect of waste clay brick powder on its pozzolanic activity and properties of blended cement, *Journal of Cleaner Production*, Volume 242, 118521, ISSN 0959-6526, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118521>.
- [36] P. Matar, J. Barhoun. (2020). Effects of waterproofing admixture on the compressive strength and permeability of recycled aggregate concrete, *Journal of Building Engineering*, Volume 32, 101521, ISSN 2352-7102, <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.101521>.
- [37] M. Westerholm, B. Lagerblad, J. Silfwerbrand, E. Forssberg. (2008). Influence of fine aggregate characteristics on the rheological properties of mortars, *Cement and Concrete Composites*, Volume 30, Issue 4, Pages 274-282, ISSN 0958-9465, <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2007.08.008>.
- [38] V. Konow. (2003). Aggregate grain size distribution - A major influence on many properties of lime mortars for restoration. Conference EUROMAT 2003, Symposium P2 – Materials and Conservation of Cultural Heritage, EPFL, Lausanne.
- [39] M. Stefanidou, I. Papayianni. (2005). The role of aggregates on the structure and properties of lime mortars, *Cement and Concrete Composites*, Volume 27, Issues 9–10, Pages 914-919, ISSN 0958-9465, <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2005.05.001>.
- [40] J. Lanas, J.I. Alvarez-Galindo. (2003). Masonry repair lime-based mortars: factors affecting the mechanical behavior, *Cement and Concrete Research*, Volume 33, Issue 11, Pages 1867-1876, ISSN 0008-8846, [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00210-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00210-2).
- [41] J.P. Ingham. (2013). *Geomaterials under the Microscope*. London, Manson Publishing, 192 pp. ISBN 978-84076-132-0. *Mineralogical Magazine*. 2011;75(1):265-266. doi:10.1180/S0026461X00005041.
- [42] M. Galetakis, S. Raka. (2004). Utilization of limestone dust for artificial stone production: an experimental approach, *Minerals Engineering*, Volume 17, Issue 2, Pages 355-357, ISSN 0892-6875, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2003.10.031>.
- [43] P. Degryse, J. Elsen, M. Waelkens. (2002). Study of ancient mortars from Sagalassos (Turkey) in view of their conservation. *Cement and Concrete Research*. 32. 1457-1463. 10.1016/S0008-8846(02)00807-4.
- [44] A. Moropoulou, A.S. Cakmak, G. Biscontin, A. Bakolas, E. Zendri. (2002). Advanced Byzantine cement based composites resisting earthquake stresses: the crushed brick/lime mortars of Justinian's

Hagia Sophia, *Construction and Building Materials*, Volume 16, Issue 8, Pages 543-552, ISSN 0950-0618, [https://doi.org/10.1016/S0950-0618\(02\)00005-3](https://doi.org/10.1016/S0950-0618(02)00005-3).

[45] V.B. Bosiljkov, A. Padovnik, T. Turk. (2022). *Conservation and Restoration of Historic Mortars and Masonry Structures*, RILEM Bookseries, Publisher: Springer Nature Switzerland.

[46] M. Frizot, PhD thesis (in French), Université de Dijon, Centre de Recherches sur les techniques Greco-Romains, 1975, pp. 57 – 137.

[47] A. Moropoulou, A.S. Cakmak, N. Lohvyn. (2000). Earthquake resistant construction techniques and materials on Byzantine monuments in Kiev, *Soil Dynamics and Earthquake Engineering*, Volume 19, Issue 8, Pages 603-615, ISSN 0267-7261, [https://doi.org/10.1016/S0267-7261\(00\)00021-X](https://doi.org/10.1016/S0267-7261(00)00021-X).

[48] A.P. Pinto Ferreira, A. Gomes, B.A. Silva, A. Candeias, F. Do Vale. (2017). Influence of water reducers on the early age properties of aerial lime mortars, 3rd International Conference on Protection of Historical Constructions, Lisbon, Portugal, 12 – 15 July, 2017.

[49] International society for rock mechanics commission on standardization of laboratory and field tests: Suggested methods for the quantitative description of discontinuities in rock masses, *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*, Volume 15, Issue 6, 1978, Pages 319-368, ISSN 0148-9062, [https://doi.org/10.1016/0148-9062\(78\)91472-9](https://doi.org/10.1016/0148-9062(78)91472-9).

[50] I. Aalil, D. Badreddine, K. Beck, X. Brunetaud, K. Cherkaoui, A. Chaaba, M. Al-Mukhtar. (2019). Valorization of crushed bricks in lime-base mortars, *Construction and Building Materials*, Vol. 226, p. 555-563 (doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.265).

[51] P. seabraelaki-Kalaitzaki, A. Bakolas, A. Moropoulou. (2003). Physico-chemical study of Cretan ancient mortars, *Cement and Concrete Research*, Volume 33, Issue 5, Pages 651-661, ISSN 0008-8846, [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)01030-X](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)01030-X).

[52] M. Theodoridou, I. Ioannou, M. Philokyrou. (2013). New evidence of early use of artificial pozzolanic material in mortars, *Journal of Archaeological Science*, Volume 40, Issue 8, Pages 3263-3269, ISSN 0305-4403, <https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.03.027>.

[53] C. Borges, A. Santos Silva, R. Veiga. (2014). Durability of ancient lime mortars in humid environment, *Construction and Building Materials*, Volume 66, Pages 606-620, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.05.019>.

[54] V. Pachta, M. Stefanidou. (2018). Technology of multilayer mortars applied in ancient floor mosaic substrates, *Journal of Archaeological Science: Reports*, Volume 20, Pages 683-691, ISSN 2352-409X, <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2018.06.018>.

- [55] W.E. Kingery. (1988). Some aspects of the history of ceramic processing' in *Ultrastructure Processing of Advanced Ceramics*, ed. MACKENZIE and ULRICH, John Wiley, New York 1-29.
- [56] D. Von Landsberg. (1992). The history of lime production and use from early times to the Industrial revolution, *Zement-Kalk-Gips* 45 199-203.
- [57] A. Moropoulou, A. Bakolas, K. Bisbikou. (2000). Investigation of the technology of historic mortars, *Journal of Cultural Heritage*, Volume 1, Issue 1, Pages 45-58, ISSN 1296-2074, [https://doi.org/10.1016/S1296-2074\(99\)00118-1](https://doi.org/10.1016/S1296-2074(99)00118-1).
- [58] V. Fassina, M. Favaro, A. Naccari, M. Pigo. (2002). Evaluation of compatibility and durability of a hydraulic lime-based plaster applied on brick wall masonry of historical buildings affected by rising damp phenomena, *Journal of Cultural Heritage*, Volume 3, Issue 1, Pages 45-51, ISSN 1296-2074, [https://doi.org/10.1016/S1296-2074\(02\)01158-5](https://doi.org/10.1016/S1296-2074(02)01158-5).
- [59] B.A. Silva, A.P. Ferreira Pinto, A. Gomes, A. Candeias. (2021). Short- and long-term properties of lime mortars with water-reducers and a viscosity-modifier, *Journal of Building Engineering*, Volume 43, 103086, ISSN 2352-7102, <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2021.103086>.
- [60] J. Newman, B.S. Choo (Eds.). (2003). *Advanced Concrete Technology 1: Constituent Materials*, first ed., Butterworth-Heinemann, Elsevier, Oxford, United Kingdom.
- [61] P. Aïtcin, R.J. Flatt (Eds.). (2015). *Science and Technology of Concrete Admixtures*, first ed., Woodhead Publishing, Oxford, United Kingdom.
- [62] I. Navarro-Blasco, M. Pérez-Nicolás, J.M. Fernández, A. Duran, R. Sirera, J.I. Alvarez. (2014). Assessment of the interaction of polycarboxylate superplasticizers in hydrated lime pastes modified with nanosilica or metakaolin as pozzolanic reactives. *Construction and Building Materials*, 73, 1-12. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.09.052>.
- [63] J. Eid, S. Taibi, J.M. Fleureau, M. Hattab. (2015). Drying, cracks and shrinkage evolution of a natural silt intended for a new earth building material. Impact of reinforcement, *Construction and Building Materials*, Volume 86, Pages 120-132, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.03.115>.
- [64] L. Liu, X. Wang, H. Chen, C. Wan. (2016). Microstructure-based modelling of drying shrinkage and microcracking of cement paste at high relative humidity, *Construction and Building Materials*, Volume 126, Pages 410-425, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.09.066>.
- [65] R. Gagné. (2016). 22 - Expansive agents, Editor(s): P.C. Aïtcin, R.J. Flatt, *Science and Technology of Concrete Admixtures*, Woodhead Publishing, Pages 441-456, ISBN 9780081006931, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100693-1.00022-9>.

- [66] F. Wang, Z. Liu, S. Hu. (2010). Early age volume change of cement asphalt mortar in the presence of aluminum powder. *Materials and Structures*. 43. 493-498. 10.1617/s11527-009-9505-z.
- [67] M. Kioumars, F. Azarhomayun, M. Haji, M. Shekarchi. (2020). Effect of Shrinkage Reducing Admixture on Drying Shrinkage of Concrete with Different w/c Ratios. *Materials*. 13. 5721. 10.3390/ma13245721.
- [68] EN 934-3 – Admixtures for concrete, mortar and grout. Part 3: Admixtures for masonry mortar. Definitions, requirements, conformity, marking and labelling. European Committee for Standardization (CEN), 2009.
- [69] G. Cultrone, E. Sebastián, M.O. Huertas. (2005). Forced and natural carbonation of lime-based mortars with and without additives: Mineralogical and textural changes. *Cement and Concrete Research*, 35(12), 2278–2289. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.12.012>.
- [70] M. Pigeon and R. Pleau. (1995). *Durability of Concrete in Cold Climates* (1st ed.), CRC Press . Spon, London, United Kingdom.
- [71] M. Lachemi, K.M. Hossain, V. Lambros, P.C. Nkinamubanzi, N. Bouzoubaâ. (2004). Performance of new viscosity modifying admixtures in enhancing the rheological properties of cement paste. *Cement and Concrete Research*, 34(2), 185–193. [https://doi.org/10.1016/s0008-8846\(03\)00233-3](https://doi.org/10.1016/s0008-8846(03)00233-3).
- [72] M.P. Seabra, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira. (2007). Rheological behaviour of hydraulic lime-based mortars. *Journal of the European Ceramic Society*, 27(2-3), 1735–1741. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2006.04.155>.
- [73] K.H. Khayat. (1998). Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials - An overview. *Cement and Concrete Composites*, 20(2-3), 171–188. [https://doi.org/10.1016/s0958-9465\(98\)80006-1](https://doi.org/10.1016/s0958-9465(98)80006-1).
- [74] Norme NF P94-051 (1993). Sols : reconnaissance et essais - Détermination des limites d'Atterberg - Limite de liquidité à la coupelle - Limite de plasticité au rouleau. 15 p.
- [75] Norme EN 459-2 (2012). Chaux de construction - Partie 2 : méthodes d'essai. 61 p.
- [76] R. Sève. (2009). *Science de la couleur: Aspects physiques et perceptifs* [Color science: Physical and perceptual aspects], ed. Chalagam, 374 p.
- [77] K. Beck, S. Janvier-Badosa, X. Brunetaud, Á. Török, M. Al-Mukhtar. (2016). Non-destructive diagnosis by colorimetry of building stone subjected to high temperatures, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 20:6, 643-655, DOI: 10.1080/19648189.2015.1035804.
- [78] H. Singh Chouhan, P. Kalla, R. Nagar, P. Kumar Gautam. (2019). Influence of dimensional stone waste on mechanical and durability properties of mortar: A review, *Construction and Building Materials*, Volume 227, 116662, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.08.043>.

- [79] F. Massazza. (2007). Pozzolana and pozzolanic cements. In: Hewlett PC (ed) Lea's chemistry of cement and concrete, 4th edn. Elsevier, UK, pp 471–602.
- [80] K. Van Balen, D. Van Gemert. (1994). Modelling Lime Mortar Carbonation. *Materials and Structures*. 27. 393-398. <https://doi.org/10.1007/bf02473442>.
- [81] Norme NF EN 998-1 (2016). Définitions et spécifications des mortiers pour maçonnerie - Partie 1 : mortiers d'enduits minéraux extérieurs et intérieurs. 29 p.
- [82] B.A. Silva, A.P. Ferreira Pinto, A. Gomes, A. Candeias. (2020). Suitability of different surfactants as air-entraining admixtures for lime mortars, *Construction and Building Materials*, Volume 256, 118986, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118986>.
- [83] B. Sena da Fonseca, A.P. Ferreira Pinto, D. Vaz Silva, Compositional and textural characterization of historical bedding mortars from rubble stone masonries: Contribution for the design of compatible repair mortars, *Construction and Building Materials*, Volume 247, 2020, 118627, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118627>.
- [84] M. Ramesh, M. Azenha, P.B. Lourenço. (2019). Quantification of impact of lime on mechanical behaviour of lime cement blended mortars for bedding joints in masonry systems. *Construction and Building Materials*, 229, 116884. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.11>
- [85] P.N. Maravelaki, K. Kapetanaki, I. Papayianni et al. RILEM TC 277-LHS report: additives and admixtures for modern lime-based mortars. *Mater Struct* 56, 106 (2023). <https://doi.org/10.1617/s11527-023-02175-z>.
- [86] S. Andrejkovičová, A.L. Velosa, F. Rocha. (2013). Air lime–metakaolin–sepiolite mortars for earth based walls, *Construction and Building Materials*, Volume 44, Pages 133-141, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.03.008>
- [87] EN 934-3 – Admixtures for concrete, mortar and grout. Part 3: Admixtures for masonry mortar. Definitions, requirements, conformity, marking and labelling. European Committee for Standardization (CEN), 2009.
- [88] S. Chatterji. (2003). Freezing of air-entrained cement-based materials and specific actions of air-entraining agents. *Cem Concr Res* 25:759–765.
- [89] M.P. Seabra, H. Paiva, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira. (2009). Admixtures effect on fresh state properties of aerial lime based mortars. *Construction and Building Materials*, 23(2), 1147–1153. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.06.008>.
- [90] S. Botas, V. Rato, P. Faria. (2010). Testing freeze/thaw cycles in lime mortars, in: J. Walek, C. Groot, J. Hughes (Eds.), *RILEM Proceedings Pro 078: HMC2010, 2nd Historic Mortars Conference and RILEM TC 203-RHM Final Workshop*, pp. 417–425. Prague.

- [91] D. Ergenç, A. Sierra-Fernandez, M. Barbero-Barrera, L.S. Gomez-Villalba, R. Fort. (2020). Assessment on the performances of air lime-ceramic mortars with nano-Ca(OH)₂ and nano-SiO₂ additions. *Construction and Building Materials*, 232, 117163. <https://doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.117163>.
- [92] B. Silva, A.P. Ferreira Pinto, A. Gomes, A. Candeias. (2019). Fresh and hardened state behaviour of aerial lime mortars with superplasticizer. *Construction and Building Materials*, 225, 1127–1139. <https://doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.07.275>.
- [93] E. Aggelakopoulou, A. Bakolas, A. Moropoulou. (2019). Lime putty versus hydrated lime powder: Physicochemical and mechanical characteristics of lime based mortars. *Construction and Building Materials*, 225, 633-641. <https://doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.07.218>.
- [94] F.A. Sposito, R.T. Higuti, M.M. Tashima, J.L. Akasaki, J. L. P. Melges, C.C. Assunção, M. Bortolotto, R.G. Silva, C. F. Fioriti. (2020). Incorporation of PET wastes in rendering mortars based on portland cement/hydrated lime. *Journal of Building Engineering*, 101506. <https://doi:10.1016/j.job.2020.101506>.
- [95] M. Saeli, L. Senff, D.M. Tobaldi, M.P. Seabra, J.A. Labrincha. (2019). Novel biomass fly ash-based geopolymeric mortars using lime slaker grits as aggregate for applications in construction: Influence of granulometry and binder/aggregate ratio. *Construction and Building Materials*, 227, 116643. <https://doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.08.24>.
- [96] C. Ince, S. Derogar, K. Gurkaya, R.J. Ball. (2020). Properties, durability and cost efficiency of cement and hydrated lime mortars reusing copper mine tailings of Lefke-Xeros in Cyprus. *Construction and Building Materials*, 121070. <https://doi:10.1016/j.conbuildmat.2020.12170>.
- [97] H. Tanakaa, H. Hirabayashib, T. Matsuokab, H. Kaneko. (2012). Use of fall cone test as measurement of shear strength for soft clay materials. *Soils and Foundations*, 52(4), 590-599. <https://doi:10.1016/j.sandf.2012.07.002>.
- [98] S. Shimobe, G. Spagnoli. (2020). Fall cone tests considering water content, cone penetration index, and plasticity angle of fine-grained soils. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*. <https://doi:10.1016/j.jrmge.2020.02.005>.
- [99] B. Baz, S. Rémond S, G. Aouad. (2020). Influence of the mix composition on the thixotropy of 3D printable mortars, *Magazine of Concrete Research*, <https://doi.org/10.1680/jmacr.20.00193>
- [100] P. Estellé, C. Michon, C. Lanos C, J.L. Grossiord. (2012). De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative. *Rhéologie* 21: 10–35.
- [101] H. Paiva, L.M. Silva, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira, Effects of a water-retaining agent on the rheological behaviour of a single-coat render mortar, *Cement and Concrete Research*. 36 (7) (2006) 1257–1262, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.02.018>.

- [102] H. Paiva, A. Velosa, R. Veiga, V.M. Ferreira. (2009). Effect of maturation time on the fresh and hardened properties of an air lime mortar, *Cement and Concrete Research*. 40 (3) (2010) 447–451, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.09.016>.
- [103] A. Izaguirre, J. Lanás, J.I. Alvarez. (2011). Characterization of aerial lime-based mortars modified by the addition of two different water-retaining agents, *Cement and Concrete Composites*. 33 (2) 309–318, <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.09.008>.
- [104] T. Žižlavský, M. Vyšvařil, P. Rovnanikova. (2018). Characterization of aerial lime-based mortars with addition of biopolymers. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 379. 012006. 10.1088/1757-899X/379/1/012006.
- [105] B.A. Silva, A.P. Ferreira Pinto, A. Gomes, A. Candeias. (2020). Impact of a viscosity-modifying admixture on the properties of lime mortars, *Journal of Building Engineering*, Volume 31, 2020, 101132, ISSN 2352-7102, <https://doi.org/10.1016/j.job.2019.101132>.
- [106] NF EN ISO 17892-12. (2018). Geotechnical investigation and testing - Laboratory testing of soil - Part 12: Determination of liquid and plastic limits.
- [107] EN 934-3 – Admixtures for concrete, mortar and grout. Part 3: Admixtures for masonry mortar. Definitions, requirements, conformity, marking and labelling. European Committee for Standardization (CEN), 2009.
- [108] P. Lawrence, E. Ringot, B. Husson. (1999). About the measurement of the air content in mortar. *Materials and Structures*. 32, 618–621. <https://doi.org/10.1007/BF02480498>
- [109] J. Skocek, M. Zajac, M. Ben Haha, Carbon Capture and Utilization by mineralization of cement pastes derived from recycled concrete, *Sci. Rep.* 10 (2020) 1–12, <https://doi.org/10.1038/s41598-020-62503-z>.
- [110] E. Vázquez. (2013). Progress of Recycling in the Built Environment - Final report of the RILEM Technical Committee 217-PRE, 2013. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-4908-5>.
- [111] P.R. de Matos, R.D. Sakata, L. Onghero, V.G. Uliano, J. de Brito, C.E.M. Campos, P.J.P. Gleize. (2021). Utilization of ceramic tile demolition waste as supplementary cementitious material: An early-age investigation, *Journal of Building Engineering*. 38 102187, <https://doi.org/10.1016/j.job.2021.102187>.
- [112] A. Fragata, R. Veiga. (2010). Air lime mortars: the influence of calcareous aggregate and filler addition, *Materials Science Forum*. 636–637, 1280–1825, <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.636-637.1280>.

- [113] C. Giosuè, Q.L. Yu, M.L. Ruello, F. Tittarelli, H.J.H. Brouwers. (2018). Effect of pore structure on the performance of photocatalytic lightweight lime-based finishing mortar, *Construction and Building Materials*, 171 232–242, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.106>.
- [114] I. Palomar, G. Barluenga. (2018). A multiscale model for pervious lime-cement mortar with perlite and cellulose fibers, *Construction and Building Materials*, 160 136–144, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.032>.
- [115] J.S. Pozo-Antonio. (2015). Evolution of mechanical properties and drying shrinkage in lime-based and lime cement-based mortars with pure limestone aggregate, *Construction and Building Materials*, Volume 77, Pages 472-478, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.12.115>.
- [116] M. Oliveira, E.T. Guimaraes, A. Meneghini, H. Carvalho. (2022). Simulation of humidity fields in aerial lime mortar, *Journal of Cultural Heritage*, 53 35–46, <https://doi.org/10.1016/j.culher.2021.11.003>.
- [117] M.A. Oliveira, M. Azenha, P.B. Lourenço, A. Meneghini, E.T. Guimaraes, F. Castro, D. Soares. (2017). Experimental analysis of the carbonation and humidity diffusion processes in aerial lime mortar, *Construction and Building Materials*, 148 38–48, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.120>.
- [118] M.A. Oliveira, M. Azenha, P.B. Lourenço, E.T. Guimaraes, F. Castro, D. Soares. (2016). Study of the Evolution of Carbonation in Aerial Lime Mortars, Presented at FICAL – Forum Ibérico da Cal, Lisbon, 2016.
- [119] S. Lashkari, F. Yazdipناه, M. Shahri, P. Sarker. (2021). Mechanical and durability assessment of cement-based and alkali-activated coating mortars in an aggressive marine environment. *SN Applied Science*, 3. <https://doi.org/10.1007/s42452-021-04602-8>.
- [120] L. Patural, P. Marchal, A. Govin, P. Grosseau, B. Ruot, O. Devès. (2011). Cellulose ethers influence on water retention and consistency in cement-based mortars. *Cement and Concrete Research*, 41:46–55
- [121] M.C. Garci Juenger, H.M. Jennings. (2002). Examining the relationship between the microstructure of calcium silicate hydrate and drying shrinkage of cement pastes, *Cement and Concrete Research*, Volume 32, Issue 2, Pages 289-296, ISSN 0008-8846, [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00673-1](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00673-1).
- [122] J. Eid, S. Taibi, J.M. Fleureau, M. Hattab. (2015). Drying, cracks and shrinkage evolution of a natural silt intended for a new earth building material. Impact of reinforcement, *Construction and Building Materials*, Volume 86, Pages 120-132, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.03.115>.

- [123] S.R.A. Dantas, R. Serafini, R.C. de Oliveira Romano, F. Vittorino, K. Loh. (2019). Influence of the nano TiO₂ dispersion procedure on fresh and hardened rendering mortar properties. *Construction and Building Materials*, 215:544–56. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.04.190>.
- [123] F. Azarhomayun, M. Haji, M. Kioumars, M. Shekarchi. (2021). Effect of calcium stearate and aluminum powder on free and restrained drying shrinkage, crack characteristic and mechanical properties of concrete, *Cement and Concrete Composites*, Volume 125, 2022, 104276, ISSN 0958-9465, <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104276>.
- [124] N. Ranjbar, A. Behnia, B. Alsubari, P.M. Birgani, M.Z. Jumaat. (2015). Durability and mechanical properties of self-compacting concrete incorporating palm oil fuel ash, *Journal of Cleaner Production*, Volume 112, Part 1, Pages 723-730, ISSN 0959-6526, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.07.033>.
- [125] S. Gao, Z. Wang, W. Wang, H. Qiu. (2018). Effect of shrinkage-reducing admixture and expansive agent on mechanical properties and drying shrinkage of Engineered Cementitious Composite (ECC), *Construction and Building Materials*, Volume 179, Pages 172-185, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.203>.
- [126] H.J. Kim, M. Tafesse, H. Kyoung Lee, H.K. Kim. (2019). Incorporation of CFBC ash in sodium silicate-activated slag system: Modification of microstructures and its effect on shrinkage, *Cement and Concrete Research*, Volume 123, 105771, ISSN 0008-8846, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.05.016>.
- [127] M.D. Rubio-Cintas, M.E. Rubio-Parron, F. Perez-Garcia, A. Bettencourt Ribeiro, M.G. Oliveira. (2020). Influence of Steel Slag Type on Concrete Shrinkage. *Sustainability*. 13. 214. 10.3390/su13010214.
- [128] A. Loukili, D. Chopin, A. Khelidj, J.Y. Le Touzo. (2000). A new approach to determine autogenous shrinkage of mortar at an early age considering temperature history, *Cement and Concrete Research*, Volume 30, Issue 6, Pages 915-922, ISSN 0008-8846, [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00241-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00241-6).
- [129] L. Stefan. (2009). Étude expérimentale et modélisation de l'évolution des propriétés mécaniques au jeune âge dans les matériaux cimentaires. *Mécanique [physics.med-ph]*. École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2009. Français. ⟨NNT : 2009DENS0051⟩. ⟨tel-00624989⟩.
- [130] D.R. Moorehead. (1986). Cementation by the carbonation of hydrated lime, *Cement and Concrete Research*, 16 700–708.

- [131] O. Cizer, K. Van Balen, J. Elsen, D. Van Gemert. (2008). Crystal morphology of precipitated calcite crystals from accelerated carbonation of lime binders, in: 2nd International Conference on Accelerated Carbonation for Environmental and Material Engineering. Rome, Italy, pp. 1–3, 1-3 Oct. 2008.
- [132] K. Van Balen. (2005). Carbonation reaction of lime, kinetics at ambient temperature, *Cement and Concrete Research*. 35, 647–657, <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2004.06.020>.
- [133] M.A. Oliveira, M. Azenha, P.B. Lourenço, A. Meneghini, E.T. Guimaraes, F. Castro, D. Soares. (2017). Experimental analysis of the carbonation and humidity diffusion processes in aerial lime mortar, *Construction and Building Materials*, 148 38–48, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.120>.
- [134] A.R. Santos, M.D.R. Veiga, A. Santos Silva, J. de Brito, J.I. Alvarez. (2018). Evolution of the microstructure of lime-based mortars and influence on the mechanical behaviour: the role of the aggregates, *Construction and Building Materials* 187, 907–922, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.07.223>.
- [135] J.J. Thomas, A.J. Allen, H.M. Jennings. (2012). Density and water content of nanoscale solid C–S–H formed in alkali-activated slag (AAS) paste and implications for chemical shrinkage, *Cement and Concrete Research*. 42 (2), 377–383, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.11.003>.
- [136] Q. Shen, G. Pan, B. Bao. (2016). Influence of CSH carbonation on the porosity of cement paste, *Magazine of Concrete Research*, 68 (10), 504–514, <https://doi.org/10.1680/jmacr.15.00286>.
- [137] O. Cizer, C. Rodriguez-Navarro, E. Ruiz-Agudo, J. Elsen, D. Van Gemert, K. Van Balen. (2012). Phase and morphology evolution of calcium carbonate precipitated by carbonation of hydrated lime, *Journal of Materials Science*, 47, 6151–6165.
- [138] O. Cizer, K. Van Balen, J. Elsen, D. Van Gemert. (2012). Real-time investigation of reaction rate and mineral phase modifications of lime carbonation, *Construction and Building Materials*, 35 741–751
- [139] A. Morandeau, M. Thiéry, P. Dangla. (2014). Investigation of the carbonation mechanism of CH and C-S-H in terms of kinetics, microstructure changes and moisture properties, *Cement and Concrete Research*. 56, 153–170, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.11.015>.
- [140] E. Aggelakopoulou, A. Bakolas, A. Moropoulou. (2019). Lime putty versus hydrated lime powder: physicochemical and mechanical characteristics of lime-based mortars, *Construction and Building Materials*. 225, 633–641, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.218>.

- [141] C. Ince, M.A. Carter, M.A. Wilson, A. El-Turki, R.J. Ball, G.C. Allen, N.C. Collier. (2009). Analysis of the abstraction of water from freshly mixed jointing mortars in masonry construction, *Materials and Structures*. 43 (7), 985–992, [https://doi.org/ 10.1617/s11527-009-9560-5](https://doi.org/10.1617/s11527-009-9560-5).
- [142] M. Jia, Y. Zhao, X. Wu, X. Ma. (2024). The effect of carbonation accelerator on enhancing the carbonation process and mechanical strength of air-hardening lime mortars, *Construction and Building Materials*, Volume 425, 136067, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.136067>.
- [143] M.A. Oliveira, M. Azenha, P.B. Lourenço, A. Meneghini, E.T. Guimaraes, F. Castro, D. Soares. (2017). Experimental analysis of the carbonation and humidity diffusion processes in aerial lime mortar, *Construction and Building Materials*, 148 38–48, [https:// doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.120](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.120).
- [144] R.M.H. Lawrence, *A Study of Carbonation in Non-Hydraulic Lime Mortars*. (2006). Department of Architecture and Civil Engineering, University of Bath, Bath, p. 316.
- [145] H.G. Midgley. (1979). The determination of calcium hydroxide in set Portland cements, *Cement and Concrete Research*, 9 (1), 77–82, [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(79\)90097-8](https://doi.org/10.1016/0008-8846(79)90097-8).
- [146] V.S. Ramachandran. (1979). Differential thermal method of estimating calcium hydroxide in calcium silicate and cement pastes, *Cement and Concrete Research*, 9 (6), 677–684, [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(79\)90062-0](https://doi.org/10.1016/0008-8846(79)90062-0).
- [147] R.M.H. Lawrence. (2005). A critical review of techniques used for the assessment of carbonation in lime mortars, *International Building Lime Symposium*, National Lime Association, Orlando, Florida, USA, 2005: p. 15.
- [148] Y. Lo, H.M. Lee. (2002). Curing effects on carbonation of concrete using a phenolphthalein indicator and Fourier-transform infrared spectroscopy, *Building and Environment*, 37 (5), 507–514, [https://doi.org/10.1016/S0360-1323\(01\)00052-X](https://doi.org/10.1016/S0360-1323(01)00052-X).
- [149] P.A. Slegers, P.G. Rouxhet. (1976). Carbonation of the hydration products of tricalcium silicate, *Cement and Concrete Research*, 6 (3), 381–388, [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(76\)90101-0](https://doi.org/10.1016/0008-8846(76)90101-0).
- [150] G. Villain, M. Thiery, G. Platret. (2007). Measurement methods of carbonation profiles in concrete: Thermogravimetry, chemical analysis and gammadensimetry, *Cement and Concrete Research*, 37 (8), 1182–1192, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.04.015>.
- [151] R. Malinowski, Y. (1990). Prehistory of Concrete. *Concrete International*. 13/3: 62–68
- [152] I. Papayianni. (2006). The longevity of old mortars. *Applied Physics A*. 83. 685-688. [10.1007/s00339-006-3523-2](https://doi.org/10.1007/s00339-006-3523-2).

- [153] I. Papayianni, M. Stefanidou. (2007). Durability aspects of ancient mortars of the archeological site of Olynthos, *Journal of Cultural Heritage*, Volume 8, Issue 2, Pages 193-196, ISSN 1296-2074, <https://doi.org/10.1016/j.culher.2007.03.001>.
- [154] A. Askarinejad, A.R. Pourkhorshidi, T. Parhizkar. (2012). Evaluation the pozzolanic reactivity of sonochemically fabricated nano natural pozzolan, *Ultrason. Sonochem.* 19 (1), 119–124.
- [155] P. Rovnaníková. (2002). *Plasters*, Society for Monument Protection Techniques, Materials series, Prague, 2002. 89 pages. ISBN: 80-86657-00-0.
- [156] H. Biricik, F. Aköz, I. Berktaş, A.N. Tuglar. (1999). Study of pozzolanic properties of wheat straw ash, *Cement and Concrete Research*. 29 (5), 637–643.
- [157] M. Hamidi, L. Kacimi, M. Cyr, P. Clastres. (2013). Evaluation and improvement of pozzolanic activity of andesite for its use in eco-efficient cement, *Construction and Building Materials*, 47, 1268–1277.
- [158] C. Gillot. (2014). The use of pozzolanic materials in Maya mortars: new evidence from Río Bec (Campeche, Mexico), *Journal of Archaeological Science*. 47, 1–9.
- [159] G. Matias, P. Faria, I. Torres. (2014). Lime mortars with heat treated clays and ceramic waste: a review, *Construction and Building Materials*, 73, 125–136.
- [160] J. Ashurst, F.G. Dimes. (1998). *Conservation of Building and Decorative Stone*, (1st ed.). Routledge. <https://doi.org/10.4324/9780080502908>.
- [161] O. Cizer, K. Van Balen, D.A. Van Gemert. (2010). Competition between hydration and carbonation in hydraulic lime and lime–pozzolana mortars, *Advanced Materials Research*. 133–134, 241–246.
- [162] A. Kontić, G. Vasconcelos, C.B. Melendez, M. Azenha, N. Sokolović. (2023). Influence of air entrainers on the properties of hydrated lime mortars, *Construction and Building Materials*, Volume 403, 132968, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.132968>.
- [163] J.M. Fernández, A. Duran, I. Navarro-Blasco, J. Lanas, R. Sirera, J.I. Alvarez. (2013). Influence of nanosilica and a polycarboxylate ether superplasticizer on the performance of lime mortars, *Cement and Concrete Research*, Volume 43, Pages 12-24, ISSN 0008-8846, <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.10.007>.
- [164] M. Pérez-Nicolàs, J. Plank, D. Ruiz-Izuriaga, I. Navarro-Blasco, J.M. Fernandez, J.I. Alvarez. (2018). Photocatalytically active coatings for cement and air lime mortars: Enhancement of the activity by incorporation of superplasticizers. *Construction and Building Materials* 162:628–648.

- [165] J. González, B.T. Özdemir, J.M. Fernández, I. Navarro, J. Alvarez. (2020). Combination of polymeric superplasticizers, water repellents and pozzolanic agents to improve air lime-based grouts for historic masonry repair. *Polymers* 12. 887. 10.3390/polym12040887.
- [166] E.Y. Tuncel, I.P. Pekmezci, B.Y. Pekmezci. (2016). Utilization of partially destructive test methods on mechanical properties of historical lime mortars, *Structural Analysis of Historical Constructions - Anamnesis, diagnosis, therapy, controls*, London.
- [167] C. Oguz, F. Turker, N.U. Kockal. (2014). Construction Materials Used in the Historical Roman Era Bath in Myra, *Science World Journal*. 1–9.
- [168] M. Leite, F. Ferland. (2001). Determination of unconfined compressive strength and Young's modulus of porous materials by indentation tests, *Engineering Geology*, 59 267–280.
- [169] J. Galvão, I. Flores-Colen, J. de Brito, M. Veiga. (2018). Variability of in-situ testing on rendered walls in natural ageing conditions – rebound hammer and ultrasound techniques, *Construction and Building Materials*, 170, 167–181.
- [170] R. Schmiedmayer. (1997). Nondestructive in situ determination of mortar load capacity using a modified Schmidt rebound hammer, 11th International Brick/Block Masonry Conference, Shanghai, China, 1997.
- [171] L. Schueremans, Ö. Cizer, E. Janssens, G. Serré, K. Van Balen. (2011). Characterization of repair mortars for the assessment of their compatibility in restoration projects: research and practice, *Construction and Building Materials*, 25 4338–4350.
- [172] A. Aydin, A. Basu. (2005). The Schmidt hammer in rock material characterization, *Engineering Geology*, 81 1–14.
- [173] E. Valentini, A. Benincasa, P. Tiano, F. Fratini, S. Rescic. (2008). On site drilling resistance profiles of natural stones. Personal communication.
- [174] P. Tiano, C. Filareto, S. Ponticelli, M. Ferrari, E. Valentini. (2000). Drilling force measurement system, a new standardisable methodology to determine the “superficial hardness” of monument stones: prototype design and validation, *International Journal of Restoration of Buildings and Monuments*, 6 115–132.
- [175] M. Pamplona, M. Kocher, R. Snethlage, L.A. Barros. (2007). Drilling resistance: overview and outlook, *Zeitschrift Der Deutschen Gesellschaft Fur Geowissenschaften*, 158 665–679, <https://doi.org/10.1127/1860-1804/2007/0158-0665>.

- [176] M. Theodoridou, F. Dagrain, I. Ioannou. (2015). Micro-destructive cutting techniques for the characterization of natural limestone, *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* 76 98–103, <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2015.02.012>.
- [177] P. Tiano, J. Delgado Rodrigues, E. De Witte, V. Verges-Belmin, S. Massey, R. Snethlage, D. Costa, L. Cadot-Leroux, E. Garrod, B. Singer. (2000). The conservation of monuments: a new method to evaluate consolidating treatments, *International Journal of Restoration of Buildings and Monuments* ,6 (2000) 133–150.
- [178] J.D. Rodrigues, A.F. Pinto, D.R. da Costa. (2002). Tracing of decay profiles and evaluation of stone treatments by means of microdrilling techniques, *Journal of Cultural Heritage*, 3 117–125.
- [179] A.P. Ferreira Pinto, J. Delgado Rodrigues. (2004). Study of consolidation effects in carbonate stones by means of drilling resistance, 6th International Symposium on the Conservation of Monuments in the Mediterranean Basin, pp. 418–422, Lisbon.
- [180] E. Del Monte, S. Boschi, A. Vignoli. (2020). Prediction of compression strength of ancient mortars through in situ drilling resistance technique, *Construction and Building Materials* 237 1–12.
- [181] J. Delgado Rodrigues, D. Costa. (2016). A new interpretation methodology for micro-drilling data from soft mortars, *Journal of Cultural Heritage*. 22 951–955, doi: 10.1016/j.culher.2016.06.010.
- [182] E. Vasanelli, A. Calia, D. Colangiuli, F. Micelli, M. Aiello. (2016). Assessing the reliability of non-destructive and moderately invasive techniques for the evaluation of uniaxial compressive strength of stone masonry units, *Construction and Building Materials*, 124, 575–581.
- [183] K. Rashid, R. Waqas. (2017). Compressive strength evaluation by non-destructive techniques: an automated approach in construction industry, *Journal of Building Engineering*, 12, 147–154.
- [184] E. Mammoliti, A. Feretti, M. Malavolta, R. Teloni, P. Ruggeri, G. Roselli. (2021). Defining a non-destructive in situ approach for the determination of historical mortar strength using the equotip hardness tester, *Applied Sciences*, 11 (11) 4788.
- [185] M. Michett, H. Viles, C. Vlachou. (2021). In situ, non-destructive testing for evaluating the role of pointing mortar in preventive conservation strategies. a case study on reigate stone at the wardrobe tower, tower of London, *Minerals* 11 (4) 345.

- [186] D. Badreddine. (2020). Restauration des patrimoines bâtis : compatibilité et durabilité des matériaux pierres-mortiers du site Volubilis, thèse de doctorat, université d'Orléans et université Moulay Ismaïl de Meknès.
- [187] I. Aalil. (2017). Contribution à l'étude du patrimoine bâti de Volubilis (Maroc): Méthodes de diagnostic des pathologies des structures et moyens de restauration, thèse de doctorat, université d'Orléans et université Moulay Ismaïl de Meknès.
- [188] G. Chantrain, M. Ka, L. Courard, S. Gros Lambert, L. Angélique. (2023). Analyse du cycle de vie de nouveaux mortiers contenant des argiles calcinées comme additions : le projet CO2REDRES.

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification ISRM des roches selon la résistance à la compression (R_c)	17
Tableau 2 : Caractéristiques principales de la pierre de tuffeau (Beck, 2006).....	17
Tableau 3 : Teneurs en eau de la poudre de tuffeau à la réception	19
Tableau 4 : Résultats des tests de caractérisation pour les deux lots de poudre de tuffeau et les sables calcaires (fin et gros)	23
Tableau 5 : Composition chimique, caractéristiques et dosages recommandés des additifs	30
Tableau 6 : Valeurs de colorimétrie pour la pierre de tuffeau et les différents enduits durcis à 14 jours de l'application	36
Tableau 7 : Les dosages recommandés et étudiés pour les différents additifs	40
Tableau 8 : Analyse de l'effet de dosage de superplastifiant (SP) sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci	42
Tableau 9 : Analyse de l'effet de dosage de compensateur de retrait (CR) sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci	44
Tableau 10 : Analyse de l'effet de dosage d'entraîneur d'air (EA) sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci	47
Tableau 11 : Analyse de l'effet d'agent colloïdal (AC) sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci	49
Tableau 12 : Composition de la formule optimale (OPT) et de la formule de référence (REF) : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau.....	50
Tableau 13 : Composition des onze formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble de formulations, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin. Le dosage des additifs est en fonction de la masse totale des composants secs.	56
Tableau 14 : L'absorption d'eau de la pierre de tuffeau et du béton cellulaire (siporex), obtenue à partir des tests d'imbibition	73
Tableau 15 : Composition des formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble de formules, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin.	

Le dosage des additifs et la demande en eau sont en fonction de la masse totale des composants secs	75
Tableau 16 : Les critères définissant la bonne adhérence à l'état frais d'un enduit de finition	77
Tableau 17 : Composition des formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble de formulations, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire. Le dosage des additifs est en fonction de la masse totale des composants secs.	106
Tableau 18 : Les formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble des mélanges, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin. Le dosage (%) des additifs et la demande en eau sont en fonction de la masse totale des composants secs	131
Tableau 19 : Les formules étudiées : 15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau pour l'ensemble des mélanges, à l'exception de SC qui contient 15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin. Le dosage (%) des additifs et la demande en eau sont en fonction de la masse totale des composants secs	146
Tableau 20 : Compositions chimiques, dosages utilisés (en fonction de la masse totale des composants secs) et raisons d'exclusion des additifs non retenus	196
Tableau 21 : Participation au réchauffement climatique par émissions de CO ₂ liées aux étapes de production et de mise en œuvre de l'enduit développé	197
Tableau 22 : Les différentes données utilisées pour la comparaison entre l'enduit développé et le mortier conventionnel, incluant : l'unité fonctionnelle (UF), la demande en eau (W), l'unité fonctionnelle après l'ajout de l'eau ($UF + eau$), la masse volumique apparente à l'état frais (MVA), l'unité fonctionnelle en termes de volume (UF(V)), le coefficient d'équivalence (Ceq), la participation au réchauffement climatique total par UF, et la participation au réchauffement climatique total par UF(V).....	199

Liste des figures

Figure 1 : Émissions mondiales de GES par secteur d'activité en 2020 [1]	1
Figure 2 : Émissions de GES en France par secteur d'activité en 2021 [2]	1
Figure 3 : Émissions de la région Centre de GES par secteur d'activité en 2018 [3]	2
Figure 4 : Répartition de la consommation d'énergie finale en France en 2020 [4]	2
Figure 5 : Répartition des logements selon la période de construction de la région Centre-Val de Loire (Annexe 1 du Plan Climat Energie Régional [12])	3
Figure 6 : Déperditions thermiques d'une maison mal isolée	4
Figure 7 : (a) Château de Chambord; (b) Château de Chaumont sur Loire.....	4
Figure 8 : Carrière de tuffeau de Maquignon à Usseau dans la Vienne : (a) Extraction à ciel ouvert à la carrière; (b) Sciage de la pierre de tuffeau à l'aide d'un disque diamanté	5
Figure 9 : Exemple de réhabilitation thermique visant à reproduire au plus près l'esthétique des parois en pierre de tuffeau après la mise en place de l'isolation grâce à un enduit de finition	6
Figure 10 : Méthodologie adoptée dans cette étude pour l'évaluation et la validation des critères essentiels de l'enduit	9
Figure 11 : (a) Poudre de tuffeau ; (b) Chaux aérienne ; (c) Superplastifiant ; (d) Compensateur de retrait ; (e) Entraîneur d'air ; (f) Agent colloïdal ; (g) Sable calcaire fin ; (h) Sable calcaire gros	15
Figure 12 : Sciage des pierres de tuffeau, carrière Maquignon (Vienne).....	16
Figure 13 : Composition minéralogique de la pierre de tuffeau [15]	18
Figure 14 : Image MEB du tuffeau blanc (x500)	18
Figure 15 : (a) Réception de grand sac de 500 kg de poudre de tuffeau ; (b) Séchage de la poudre de tuffeau pendant deux semaines ; (c) Refus de tamisage sur un tamis de 2mm pour 100 kg de poudre de tuffeau	19
Figure 16 : Granulométrie des deux lots de poudre de tuffeau	20
Figure 17 : Granulométrie de la poudre de tuffeau selon les deux méthodes de fabrication : sciage et broyage des blocs de pierre.....	21

Figure 18 : Granulométrie des trois sables : poudre de tuffeau, sable calcaire fin et sable calcaire gros	22
Figure 19 : Classification des sols selon la valeur de bleu	23
Figure 20 : Schématisation de l'action des agents réducteurs d'eau pour la libération de l'eau piégée dans les agglomérats de liant	28
Figure 21 : Schématisation de l'action des agents entraineur d'air pour la création des bulles d'air dans la matrice des mortiers	29
Figure 22 : Pré-formulation : Détermination du dosage optimal en chaux et en eau selon les différents critères visés	31
Figure 23 : Test de consistance avec la table à choc	32
Figure 24 : Analyse de la mise en œuvre des enduits frais, de l'aspect visuel et du retrait des enduits durcis pour les différentes proportions massiques de chaux ; emplacements des zones étudiées par colorimétrie.....	33
Figure 25 : Demande en eau permettant d'atteindre la limite de plasticité selon la proportion de chaux	34
Figure 26 : Demande en eau nécessaire pour obtenir le diamètre d'étalement de référence de $16,5 \pm 0,3$ cm à la table à chocs pour les différentes proportions de chaux	35
Figure 27 : Aspect visuel de la pierre de tuffeau et des différents enduits durcis contenant les différentes proportions de chaux à 14 jours de l'application.....	36
Figure 28 : Résistance à la compression selon le type de cure et la proportion de chaux.....	37
Figure 29 : Retrait selon le type de cure et la proportion de chaux.....	38
Figure 30 : Optimisation de la formulation : Détermination du dosage optimal des additifs pour résoudre les problèmes de la formule de référence (15 % chaux et 85 % poudre de tuffeau)	40
Figure 31 : Analyse de l'effet de l'additif et de son dosage sur la mise en œuvre de l'enduit frais et le retrait de l'enduit durci	41
Figure 32 : Demande en eau selon le dosage de superplastifiant ajouté à la formule de référence (15 % chaux aérienne et 85 % poudre de tuffeau)	42
Figure 33 : Consistance très collante à partir de 4 % de SP : (a) L'enduit frais colle trop sur les outils ; (b) L'enduit frais colle trop sur les parois de mini-cône de la table à choc.....	43

Figure 34 : (a) Fissuration de la formule de référence ; (b) Transformation de fissures en microfissures en ajoutant 2,5 % de SP et 0,15 % de CR à la formule de référence	44
Figure 35 : (a) Retrait minimal sans fissuration pour la formule avec 2,5 % de SP et 0,22 % de CR; (b) Formation de bulles à la surface de l'enduit durci avec le dosage de 0,32 % de CR	45
Figure 36 : Demande en eau selon le dosage d'entraineur d'air (EA) ajouté à la formule contenant 15 % chaux aérienne, 85 % poudre de tuffeau, 2,5 % SP et 0,22 % CR	46
Figure 37 : Formation de bulles à la surface de l'enduit dès l'application avec le dosage de 0,15 % de EA	47
Figure 38 : Demande en eau selon le dosage d'entraineur d'air (EA) ajouté à la formule contenant 15 % chaux aérienne, 85 % poudre de tuffeau, 2,5 %, 0,22 % CR et 0,10 % EA	48
Figure 39 : Enduit frais après un seul passage à l'outil : (a) Sans AC ; (b) Avec AC.....	50
Figure 40 : Illustration des enduits préparés avec la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT), après 24 heures de durcissement sur un support en bois peint	51
Figure 41 : (a) Test de la table à choc; (b) Test du fall-cone; (c) Aéromètre, test de la teneur en air ..	57
Figure 42 : Demande en eau nécessaire pour obtenir le diamètre d'étalement de référence de $16,5 \pm 0,3$ cm à la table à choc pour les différentes formulations étudiées	60
Figure 43 : Profondeur de pénétration par le fall-cone pour les différentes formulations étudiées	61
Figure 44 : Teneur en air des différentes formulations étudiées. La ligne rouge indique la teneur en air de la formule REF, tandis que la ligne verte spécifie celui de la formule OPT	63
Figure 45 : Densité apparente à l'état frais des différentes formulations étudiées.....	64
Figure 46 : Schématisation du protocole développé pour la mesure de l'adhérence à l'état frais.....	66
Figure 47 : Dispositif utilisé au laboratoire pour la mesure de l'adhérence à l'état frais.....	66
Figure 48 : Exemple typique d'une courbe d'adhérence avec les différents paramètres préliminaires clés : la force d'adhérence maximale (F_{max}), le temps de F_{max} (tF_{max}), le temps de plateau ($t_{plateau}$) et le résidu (R) à partir de la masse combinée (Mc) du support, de la tige métallique et du résidu.....	67
Figure 49 : Influence de la vitesse de déplacement de la presse sur la valeur de la force d'adhérence maximale (F_{max}).....	68

Figure 50 : Influence de la vitesse de déplacement de la presse sur le temps nécessaire pour atteindre la force d'adhérence maximale (tF_{max}) et le plateau ($t_{plateau}$) lors d'un essai.....	69
Figure 51 : Les supports utilisés pour le test d'adhérence à l'état frais : les matériaux non poreux, le BA13 peint et l'acier ; les matériaux poreux : le béton cellulaire (Siporex), la pierre de tuffeau et l'enduit d'accroche	71
Figure 52 : (a) L'enduit d'accroche distribué par Véga; (b) La démarche suivie pour l'humidification des supports. En pratique, les supports sont préalablement collés à la pastille métallique ; (c) Les échantillons de tuffeau et de siporex pour le test d'imbibition.....	73
Figure 53 : Contrainte d'adhérence maximale (σ_{max}) pour toutes les formules et tous les supports étudiés	78
Figure 54 : Allongement relatif à la contrainte d'adhérence maximale ($\Delta L/L \sigma_{max}$) pour toutes les formules et tous les supports étudiés	79
Figure 55 : Allongement relatif au moment du plateau ($\Delta L/L_{plateau}$) pour toutes les formules et tous les supports étudiés	80
Figure 56 : Résidu (R) pour toutes les formules et tous les supports étudiés.....	81
Figure 57 : Les quatre paramètres d'adhérence pour les formules REF (15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau) et SC (15 % de chaux et 85 % de sable calcaire fin).....	82
Figure 58 : Résidu obtenu sur les supports en acier et en plaque de plâtre BA13 peint pour un échantillon représentatif des formules REF et SC.....	83
Figure 59 : Les quatre paramètres d'adhérence pour les formules REF (15 % de chaux et 85 % de poudre de tuffeau) et OPT (15 % de chaux, 85 % de poudre de tuffeau, 0,37 % SP, 0,22 % CR, 0,10 % EA et 0,10 % AC).....	84
Figure 60 : Résidu obtenu sur les supports en acier et en BA13 peint pour un échantillon représentatif des formules REF et OPT	84
Figure 61 : Les quatre paramètres d'adhérence des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC	86
Figure 62 : Résidu obtenu sur le support en acier pour un échantillon représentatif des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC	86
Figure 63 : Résidu obtenu sur le support en BA13 peint pour un échantillon représentatif des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC	87

Figure 64 : Les quatre paramètres d'adhérence des formules OPT, -SP, -CR, -EA, -AC.....	89
Figure 65 : Résidu obtenu sur le support en acier pour un échantillon représentatif des formules OPT, -SP, -CR, -EA, -AC.....	89
Figure 66 : Résidu obtenu sur le support en BA13 peint pour un échantillon représentatif des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC	90
Figure 67 : Les quatre paramètres d'adhérence de la formule OPT en fonction de différentes demandes en eau étudiées	92
Figure 68 : Les quatre paramètres d'adhérence de la formule REF en fonction de différentes demandes en eau étudiées	92
Figure 69 : Résidu obtenu sur le support en acier pour un échantillon représentatif de la formule OPT selon les demandes en eau étudiées	93
Figure 70 : Résidu obtenu sur le support en BA13 peint pour un échantillon représentatif de la formule OPT selon les demandes en eau étudiées.....	93
Figure 71 : Les quatre paramètres d'adhérence pour les formules REF et OPT sur les différents supports étudiés	95
Figure 72 : Les quatre paramètres d'adhérence pour les formules REF et OPT sur les différents supports poreux étudiés, dans les deux états, sec et humide	96
Figure 73 : Résidu obtenu pour un échantillon représentatif de la formule OPT sur les supports poreux examinés, dans les deux états, sec et humide	96
Figure 74 : Une schématisation des différentes étapes de la réaction de carbonatation.....	102
Figure 75 : Dispositif expérimental pour la mesure des variations de volume par pesée hydrostatique	107
Figure 76 : Schématisation de la procédure adoptée pour l'exécution d'un test de pesée hydrostatique	108
Figure 77 : Suivi photographique d'un échantillon représentatif pendant les premières 24 heures (épaisseur 7 mm).....	109
Figure 78 : Schématisation de la démarche suivie pour l'évaluation du retrait diamétral	110
Figure 79 : Les variations de volume par pesée hydrostatique de la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT) en fonction du temps.....	111

Figure 80 : Les variations de volume par pesée hydrostatique des formules : 0 % CR (formule -CR), 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), et 0,44 % CR.....	112
Figure 81 : Les variations de volume par pesée hydrostatique de la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT) en fonction du temps selon les températures étudiées	113
Figure 82 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps de la formule de référence (REF) et la formule sable calcaire (SC) pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm	114
Figure 83 : La formule de référence (REF) [15 % chaux aérienne et 85 % poudre de tuffeau] et la formule optimale (OPT) [15 % chaux aérienne, 85 % poudre de tuffeau, 2,5 % SP, 0,22 % CR, 0,1 % EA et 0,1 AC] après 24 heures de durcissement sur un support en bois peint	116
Figure 84 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps de la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT) pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm	116
Figure 85 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules REF, +SP, +CR, +EA et +AC pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm	118
Figure 86 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules OPT, -SP, -CR, -EA et -AC pour les épaisseurs de 7 mm et 14 mm.....	120
Figure 87 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR à une température de 10 °C et différents niveaux d'humidité.....	121
Figure 88 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR à une température de 20 °C et différents niveaux d'humidité.....	122
Figure 89 : Le retrait diamétral et la perte de masse en fonction du temps des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR à une température de 30 °C et différents niveaux d'humidité.....	123
Figure 90 : Le retrait diamétral final des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR pour toutes les combinaisons de températures et d'humidité relative étudiées	125
Figure 91 : Le flux d'évaporation des formules 0 % CR, 0,11 % CR, 0,22 % CR (formule OPT), 0,44 % CR pour toutes les combinaisons de températures et d'humidité relative étudiées	126
Figure 92 : Schématisation de la méthode utilisée pour la mesure d'adhérence à l'état durci.....	130

Figure 93 : (a) L'équipement utilisé en laboratoire pour la mesure d'adhérence par traction directe;	130
Figure 94 : Les supports utilisés pour le test d'adhérence à l'état durci : le matériau non poreux, le BA13 peint ; les matériaux poreux : le béton cellulaire (Siporex), la pierre de tuffeau et l'enduit d'accroche	131
Figure 95 : La contrainte d'adhérence à la rupture de la formule de référence (REF) et la formule sable calcaire (SC) à 28 jours sur le support en BA13 peint	132
Figure 96 : Un échantillon représentatif de la formule REF qui s'est détaché du support en BA13 peint avant la réalisation de l'essai d'adhérence	133
Figure 97 : La contrainte d'adhérence à la rupture de la formule de référence (REF) et la formule optimale (OPT) à 28 jours sur le support en BA13 peint	134
Figure 98 : Rupture cohésive d'un échantillon représentatif de la formule OPT après la réalisation de l'essai d'adhérence sur le support en BA13 peint	134
Figure 99 : La contrainte d'adhérence à la rupture des formules REF, +SP, +CR, +EA et +AC à 28 jours sur le support en BA13 peint	135
Figure 100 : La contrainte d'adhérence à la rupture des formules OPT, -SP, -CR, -EA et -AC à 28 jours sur le support en BA13 peint	136
Figure 101 : Rupture adhésive d'un échantillon représentatif de la formule -AC après la réalisation de l'essai d'adhérence sur le support en BA13 peint	137
Figure 102 : La contrainte d'adhérence à la rupture de la formule optimale (OPT) et de la formule de référence (REF) à 28 jours sur les différents supports utilisés	138
Figure 103 : Des échantillons représentatifs de la formule OPT, après la réalisation de l'essai d'adhérence sur les différents supports utilisés : BA13 peint, siporex, tuffeau et enduit d'accroche humidifiés	139
Figure 104 : La contrainte d'adhérence à la rupture de la formule optimale (OPT) et de la formule de référence (REF) à 28 jours sur les différents supports poreux utilisés dans les deux états, sec et humide	140
Figure 105 : Effet de l'humidification des supports poreux utilisés sur l'adhérence de la formule optimale (OPT)	141
Figure 106 : Le système de mesure de résistance au perçage utilisé sur les échantillons d'enduit....	144

Figure 107 : Les échantillons d'enduit après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint.	145
Figure 108 : Les résistances à la compression et à la flexion de la formule de référence (REF) et de la formule sable calcaire (SC), mesurées à 7, 14 et 28 jours à l'état humide et à 28 jours à l'état ambiant	147
Figure 109 : Les résistances à la compression et à la flexion de la formule de référence (REF) et de la formule optimale (OPT), mesurées à 7, 14 et 28 jours à l'état humide et à 28 jours à l'état ambiant..	148
Figure 110 : Les résistances à la compression et à la flexion des formules REF, +SP, +CR, +EA, +AC, mesurées à 7, 14 et 28 jours à l'état humide et à 28 jours à l'état ambiant.....	149
Figure 111 : Les résistances à la compression et à la flexion de ces des formules OPT, -SP, -CR, -EA, -AC, mesurées à 7, 14 et 28 jours pour l'état humide et à 28 jours pour l'état ambiant.....	150
Figure 112 : Courbe typique de résistance au perçage en fonction de la profondeur, mettant en évidence les deux zones de résistance mécanique : la surface et l'intérieur	152
Figure 113 : La force de perçage de la surface et de l'intérieur des formules de référence (REF) et optimale (OPT), mesurées après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint.....	153
Figure 114 : (a) Effet de l'ajout de compensateur de retrait (CR) ou de l'entraîneur d'air (EA) dans la formule de référence (REF) sur la force de perçage de la surface et de l'intérieur; (b) Effet de l'exclusion du CR ou de l'EA de la formule optimale (OPT) sur la force de perçage de la surface et de l'intérieur. Tests réalisés après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint.	154
Figure 115 : Les valeurs de dureté de la formule de référence (REF) après 28 jours de durcissement et de la formule optimale (OPT) après 28 jours et 3 mois de durcissement, toutes mesurées sur le support en bois peint.....	155
Figure 116 : Les valeurs de dureté après 28 jours de durcissement sur le support en bois peint pour les formules : REF, +CR, +EA, OPT, -CR, -EA.....	156
Figure 117 : (a) Altération de l'aspect esthétique due à l'ajout de Ligastar MG 700 ; (b) Apparition de petits points blancs due à l'ajout de Ligaphobe N90	196
Figure 118 : La contribution de chacune des matières premières sur les différents impacts environnementaux étudiés	198
Figure 119 : Un sac de 20 Kg prêt à l'emploi de l'enduit à base de poudre de tuffeau et de chaux aérienne.....	200
Figure 120 : Le mur Est avant et après l'application de l'enduit	201

Figure 121 : Le mur Sud avant et après l'application de l'enduit	201
Figure 122 : Les étapes de l'application de l'enduit à l'état frais : (a) application de la première couche d'enduit ; (b) installation de la grille de renfort ; (c) application de la deuxième couche de l'enduit.....	202
Figure 123 : Simulation de l'apparence de la pierre maçonnée avec l'enduit développé	203

Annexe 1

L'optimisation de la formulation a permis d'ajuster la composition de l'enduit par l'intégration de divers additifs, afin de surmonter les problèmes de l'enduit de référence et d'obtenir une formule qui répond aux critères recherchés, en assurant une haute maniabilité, une adhérence optimale, et surtout un retrait minimal sans fissuration. Pour atteindre cet objectif, quatre types d'additifs ont été retenus : un superplastifiant (Melflux 2651 F), un compensateur de retrait (Expandit 10), un entraîneur d'air (Hostapur OSB) et un agent colloïdal (Culminal C8367). Cependant, le choix de ces additifs et leurs dosages a été une étape complexe et surtout très longue (environ un an et demi de travail). Durant cette phase d'optimisation, différents additifs ont été essayés pour arriver au choix final des quatre additifs retenus et présentés dans le manuscrit. Cependant, d'autres additifs ont été essayés au cours de l'étude, mais ils n'ont pas abouti à des résultats satisfaisants et n'ont donc pas été retenus. Ces additifs comprennent deux agents hydrofuges en masse, Ligastar MG 700 et Ligaphobe N90, ainsi qu'un autre type de superplastifiant, Melment F10. Le tableau 20 ci-dessous présente les additifs qui n'ont pas produit de résultats positifs, en précisant également les raisons de leur exclusion.

Tableau 20 : Compositions chimiques, dosages utilisés (en fonction de la masse totale des composants secs) et raisons d'exclusion des additifs non retenus

Additif	Nom industriel	Composition chimique	Dosage utilisé	Raison d'exclusion
Hydrofuge en masse	Ligastar MG 700	Stéarate de magnésium	0,2 %	Altération de l'aspect esthétique due à la formation d'une couche blanche et brillante (figure 117.a)
Hydrofuge en masse	Ligaphobe N90	Oléate de sodium	0,2 %	Apparition de petits points blancs sur la totalité de la surface de l'enduit (figure 117.b)
superplastifiant	Melment F10	Melamine	0,37 %	Faible diminution de la quantité d'eau comparative-ment au superplastifiant retenu, avec un maximum de 13 % pour le Melment contre 20 % pour le Melflux.

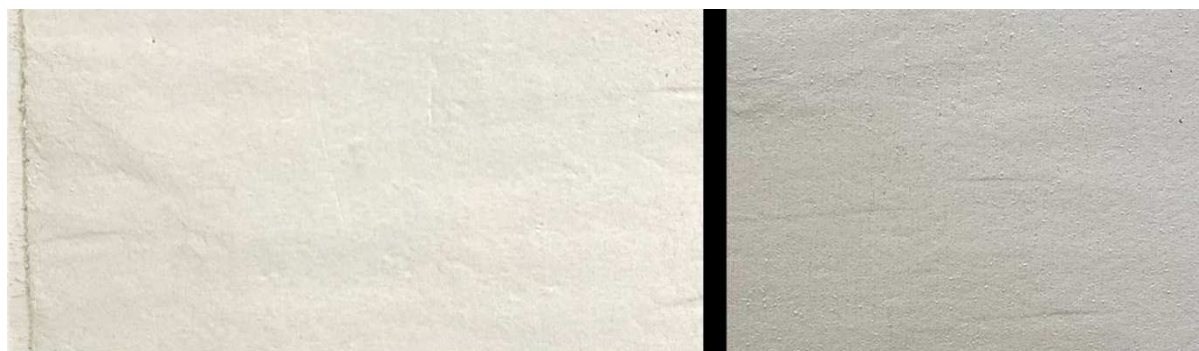


Figure 117 : (a) Altération de l'aspect esthétique due à l'ajout de Ligastar MG 700 ; (b) Apparition de petits points blancs due à l'ajout de Ligaphobe N90

Annexe 2

L'un des objectifs du projet RESPECT est de réduire l'impact environnemental des enduits et des mortiers. Afin de quantifier les impacts environnementaux liés au produit développé, une analyse du cycle de vie (ACV) a été réalisée en conformité avec la norme ISO 14040-44 et la norme NF EN 15804 +A2 par FRD-CODEM, un centre de ressources technologiques dédié aux écomatériaux et aux matériaux biosourcés. Cette analyse évalue les impacts environnementaux tout au long du cycle de vie du produit, depuis l'approvisionnement des matières premières nécessaires à sa fabrication jusqu'à sa fin de vie. Nous avons choisi d'utiliser comme unité fonctionnelle (UF), un sac de 20 kg de poudre sèche prête à l'emploi. Le critère le plus fondamental dans l'évaluation de l'impact environnemental de l'enduit est sa contribution au réchauffement climatique. D'après le rapport ACV, les principales sources d'émissions de dioxyde de carbone (CO₂) associées à ce produit se concentrent essentiellement au niveau de deux phases : la production, qui comprend l'approvisionnement des matières premières, le transport et le processus de fabrication ; et la mise en œuvre, incluant le transport et l'installation. Le tableau 21 présente la participation au réchauffement climatique par émissions de CO₂ liées aux étapes de production et de mise en œuvre de l'enduit développé.

Tableau 21 : Participation au réchauffement climatique par émissions de CO₂ liées aux étapes de production et de mise en œuvre de l'enduit développé

Impact environnemental	Étapes de production			Étapes de mise en œuvre	
	Approvisionnement en matières premières	Transport	Fabrication	Transport	Installation
Réchauffement climatique total [Kg CO ₂ eq/UF]	2,98	0,69	0,917	0,3	0,02
	Total = 4,9				

L'enduit est spécialement conçu pour la réhabilitation des bâtiments anciens en pierre de tuffeau de la région Centre-Val de Loire, ce qui permet de réduire significativement les émissions CO₂ attribuables au transport, étant donné que le produit sera principalement utilisé dans un contexte géographique local et restreint. Les émissions de CO₂ associées à la fabrication ne présentent rien de particulier, étant donné que les procédures de fabrication sont généralement équivalentes pour ce type de produit. Par ailleurs, la contribution de l'installation du produit aux émissions de CO₂ est très faible, voire négligeable.

L'approvisionnement en matières premières constitue la plus grande source d'émission de CO₂ liée au produit, avec une valeur de 2,98 [Kg CO₂ eq/UF]. Le mélange de l'enduit se compose de six matériaux sous forme de poudre sèche. La poudre de tuffeau et la chaux aérienne représentent la

quasi-totalité de la masse du mélange (plus de 99 %). Les quatre additifs utilisés représentent ensemble moins de 1 % de la masse totale du mélange. La contribution de chacune des matières premières au réchauffement climatique global est présentée dans la figure 118.

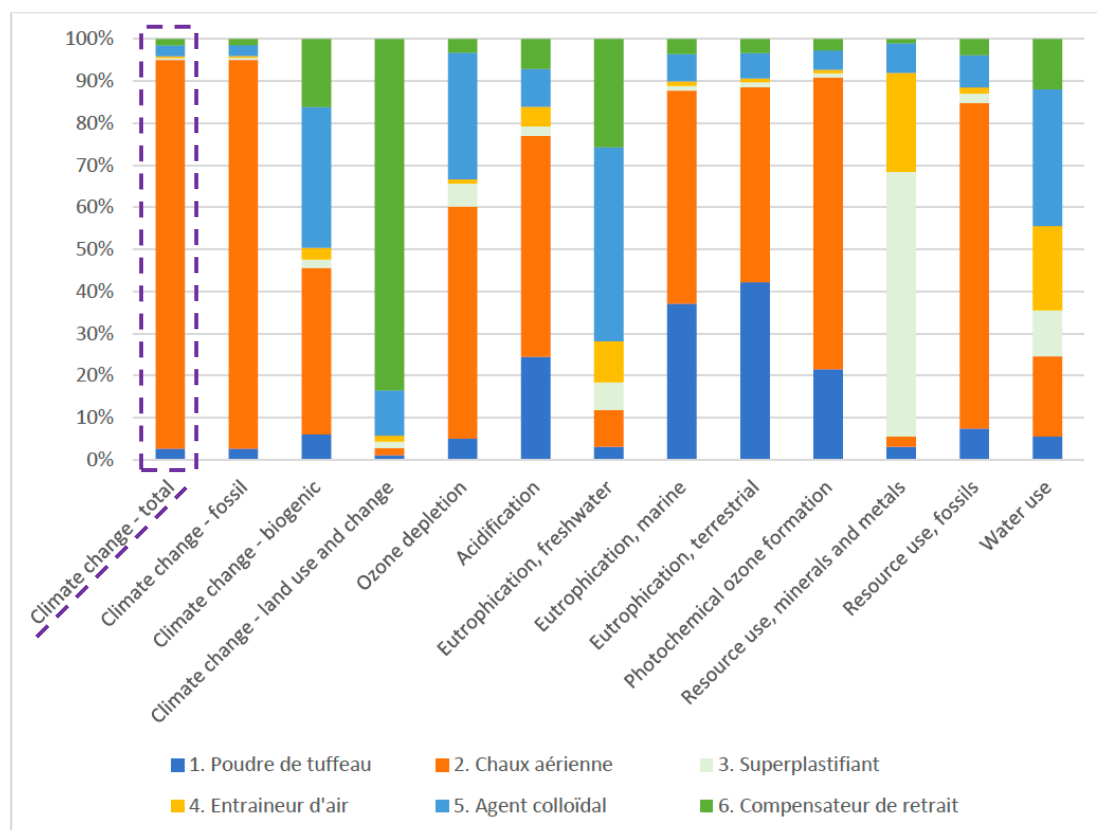


Figure 118 : La contribution de chacune des matières premières sur les différents impacts environnementaux étudiés

La chaux aérienne, correspondant à environ 15 % de la masse totale sèche, est le matériau le plus impactant avec une contribution de plus de 92,4 % au réchauffement climatique. Ainsi, le choix de limiter la proportion de liant à seulement 15 % constitue une mesure favorable en termes de réduction de l'impact environnemental du produit développé. La poudre de tuffeau, un déchet issu du sciage des pierres est valorisé pour la fabrication de l'enduit, d'où sa faible contribution au réchauffement climatique.

Pour évaluer l'impact environnemental du produit développé, il est comparé à un mortier au ciment de référence. Chantrain et al. [188] ont réalisé une analyse du cycle de vie sur un mortier conventionnel, composé à 75 % de sable et à 25 % de ciment (CEM1). L'unité fonctionnelle (UF) définie pour leur étude est 1 kg de poudre sèche. Afin de comparer de manière cohérente l'impact environnemental de l'enduit développé à celui du mortier conventionnel, la comparaison est effectuée en termes de quantité de matériau frais appliqué. Autrement dit, l'unité fonctionnelle est définie en termes de volume du matériau appliqué équivalent, notée UF(V). Cette mesure prend en compte la quantité d'eau ajoutée et la

densité apparente à l'état frais. Étant donné que les deux analyses de cycle de vie utilisent des unités fonctionnelles différentes, un coefficient d'équivalence (C_{eq}) est calculé. Ce coefficient est obtenu en divisant l'unité fonctionnelle en termes de volume de l'enduit ($UF(V)_{enduit}$) par l'unité fonctionnelle en termes de volume du mortier conventionnel ($UF(V)_{mortier}$). Le tableau 21 répertorie les différentes données utilisées pour la comparaison entre l'enduit développé et le mortier conventionnel, incluant : l'unité fonctionnelle (UF), la demande en eau (W), l'unité fonctionnelle après l'ajout de l'eau (UF_{+eau}), la masse volumique apparente à l'état frais (MVA), l'unité fonctionnelle en termes de volume ($UF(V)$), le coefficient d'équivalence (C_{eq}), la participation au réchauffement climatique total par UF, et la participation au réchauffement climatique total par $UF(V)$.

Tableau 22 : Les différentes données utilisées pour la comparaison entre l'enduit développé et le mortier conventionnel, incluant : l'unité fonctionnelle (UF), la demande en eau (W), l'unité fonctionnelle après l'ajout de l'eau (UF_{+eau}), la masse volumique apparente à l'état frais (MVA), l'unité fonctionnelle en termes de volume ($UF(V)$), le coefficient d'équivalence (C_{eq}), la participation au réchauffement climatique total par UF, et la participation au réchauffement climatique total par $UF(V)$.

	Enduit à base de poudre de tuffeau	Mortier conventionnel [1]
UF [Kg]	20	1
W [%]	48	12,5
UF_{+eau} [Kg]	$20 + (20 \times 0,48) = 29,6$	$1 + (1 \times 0,125) = 1,125$
MVA [g/cm^3]	1,41	2,35
$UF(V)$ [L/UF]	$29,6 \div 1,41 = 21$	$1,125 \div 2,35 = 0,48$
C_{eq}	$21 \div 0,48 = 43,75$	
Réchauffement climatique total [$Kg\ CO_2\ eq/UF$]	4,9	0,231
Réchauffement climatique total [$Kg\ CO_2\ eq/UF(V)$]	4,9	$0,231 \times 43,75 = 10,10$

D'après cette approche de comparaison basée sur le volume du matériau mis en place, l'enduit développé manifeste une réduction de 50 % des émissions de CO_2 par rapport à un mortier de référence au ciment. Cette réduction significative de l'impact environnemental s'explique non seulement par les faibles émissions globales de CO_2 attribuables aux matières premières et à l'acheminement local du produit, mais également par plusieurs autres facteurs. L'enduit à base de poudre de tuffeau se distingue par rapport aux mortiers traditionnels au ciment par sa demande en eau relativement élevée, sa plus grande porosité et sa plus faible densité à l'état frais. Ces propriétés permettent d'utiliser moins de matériau sec pour couvrir une surface équivalente.

Annexe 3

En collaboration avec nos partenaires, l'entreprise VEGA Industries et le cabinet d'architecture BHTP, une première application de l'enduit à échelle réelle a été effectuée à la fin de la thèse. Tout d'abord, la phase de préparation industrielle des mélanges prémix de l'enduit a été exécutée par VEGA, spécialisée dans la fabrication d'enduits et de mortiers. Au sein de leurs ateliers, les différents composants de l'enduit ont été soigneusement malaxés avant d'être conditionnés dans des sacs de 20 kg. La figure 119 présente un sac prêt à l'emploi de l'enduit à base de poudre de tuffeau et de chaux aérienne.



Figure 119 : Un sac de 20 Kg prêt à l'emploi de l'enduit à base de poudre de tuffeau et de chaux aérienne

Dans le cadre des travaux de rénovation d'une maison individuelle menés par notre partenaire, le cabinet d'architecture BHTP, une extension a été créée à l'arrière de la résidence. L'enduit a été appliqué comme couche de finition sur l'isolation de deux murs extérieurs de l'extension. L'isolation a été réalisée par des panneaux de fibre de bois. le mur Est, qui s'étend sur 10 m², est partiellement abrité par un rebord d'environ 30 cm, alors que le mur Sud, avec une superficie de 5 m², est surmonté d'un grand avant-toit d'environ 1 mètre de long. La figure 120 illustre le mur Est avant et après l'application de l'enduit, tandis que la figure 121 présente le mur Sud.



Figure 120 : Le mur Est avant et après l'application de l'enduit



Figure 121 : Le mur Sud avant et après l'application de l'enduit

L'application de l'enduit à l'état frais a été minutieusement exécutée par une équipe spécialisée en pose d'enduit, convoquée par VEGA. Des taloches métalliques ont été utilisées pour étaler le matériau sur le support. Le protocole d'application s'est déroulé en trois phases consécutives : premièrement, l'application d'une couche d'enduit d'une épaisseur variant de 0,2 à 0,3 mm ; deuxièmement, le positionnement d'une grille de renfort en fibre de verre ; et enfin, l'ajout d'une seconde couche d'enduit, également de 0,2 à 0,3 mm d'épaisseur. La figure 122 illustre les différentes étapes de l'application de l'enduit à l'état frais.



Figure 122 : Les étapes de l'application de l'enduit à l'état frais : (a) application de la première couche d'enduit ; (b) installation de la grille de renfort ; (c) application de la deuxième couche de l'enduit

Différentes applications de l'enduit ont été réalisées au sein de notre laboratoire tout au long de la thèse pour évaluer les différents critères de l'enduit. Notamment, certaines applications visaient à imiter l'aspect des blocs de pierre. Pour ce faire, l'enduit a été appliqué sur le support. Ensuite, la surface totale de l'enduit a été sectionnée en plusieurs segments, chacun représentant approximativement la surface d'un bloc de pierre, en retirant 2 cm d'enduit entre les différents segments. Les vides créés entre les segments ont été remplis avec un mortier de couleur grise à base de sable siliceux afin de simuler l'apparence de la pierre maçonnée. La figure 123 illustre l'aspect de la pierre maçonnée obtenu par l'enduit à base de poudre de tuffeau développé durant cette thèse.



Figure 123 : Simulation de l'apparence de la pierre maçonnée avec l'enduit développé

Malek BALAWI

**Étude de la formulation et des performances d'un enduit
à base de chaux et de poudre de pierre**

Cette thèse présente une étude sur la formulation et les performances d'un enduit fin de finition à base de poudre de pierre de tuffeau et de chaux aérienne, développé pour reproduire l'esthétique des parois des bâtiments anciens en tuffeau afin de promouvoir leur réhabilitation thermique. La forte porosité de la poudre de tuffeau entraîne une forte demande en eau qui se traduit par un retrait de dessiccation significatif accompagné de fissuration et de perte d'adhérence, ainsi qu'une consistance dense à l'état frais qui réduit la maniabilité. La formulation de cet enduit nécessite la satisfaction de plusieurs critères essentiels. À l'état frais, le matériau doit présenter une haute maniabilité et une adhérence efficace, permettant une application aisée et uniforme sans adhérer excessivement à l'outil. À l'état durci, l'enduit doit développer une esthétique très proche de celle de la pierre de tuffeau, un retrait minimal sans fissuration, une bonne adhérence, et des performances mécaniques suffisantes pour résister aux potentiels chocs. Quatre types d'additifs ont été utilisés : un superplastifiant (SP) qui réduit la forte demande en eau, un compensateur de retrait (CR) qui minimise le retrait et l'apparition de fissures, un entraîneur d'air (EA) qui améliore la maniabilité et facilite l'application sur le support, et un agent colloïdal (AC) qui augmente l'adhérence de l'enduit frais au support. Une campagne expérimentale évaluant les performances des différentes formulations à l'état frais et durci a quantifié précisément le rôle et l'impact de chaque additif sur les propriétés critiques de l'enduit. Le comportement de l'enduit à l'état frais a été évalué en termes de maniabilité (table à choc, fall-cone) et d'adhérence sur différents supports d'application grâce à un protocole expérimental novateur. Le comportement de l'enduit à l'état durci a été évalué en termes de retrait selon différentes conditions de température et d'humidité relative, d'adhérence en traction directe sur différents supports d'application et de performances mécaniques (compression, flexion, dureté, micro-perçage).

Mots clés : Mortier, chaux aérienne, poudre de tuffeau, déchet de carrière, pierre, enduit de finition, retrait de dessiccation, maniabilité, adhérence, superplastifiant, compensateur de retrait, entraîneur d'air, agent colloïdal

**Study of the formulation and performances of a coating mortar
based on lime and stone powder**

Abstract

This thesis presents a study on the formulation and performance of a fine finishing coating mortar based on tuffeau stone powder and aerial lime, developed to replicate the aesthetics of the walls of ancient tuffeau buildings to promote their thermal rehabilitation. The high porosity of the tuffeau powder results in a high water demand resulting in significant drying shrinkage accompanied by cracking and loss of adhesion; a dense consistency in its fresh state that reduces workability. The formulation of this coating mortar requires the satisfaction of several essential criteria. In its fresh state, the material must show high workability and effective adhesion, allowing an easy and uniform application without excessively sticking to the tool. In its hardened state, the coating mortar must develop an aesthetic very close to that of tuffeau stone, minimal shrinkage without cracking, good adhesion, and sufficient mechanical performance to withstand potential impacts. Initially, a pre-formulation study determined the optimal proportion of lime in the plaster to best meet the previously defined requirements. Four types of additives have been used: a superplasticizer (SP) that reduces the high water demand, a shrinkage reducing agent (SRA) that minimizes shrinkage, limits the appearance of cracks and the loss of adhesion, an air entraining agent (AEA) that improves workability and facilitates the application on the support, and a rheology modifier (RM) that increases the adhesion of the fresh coating mortar to the support. An experimental campaign evaluating the performance of the different formulations in both fresh and hardened states precisely quantified the role and impact of each additive on the critical properties of the coating mortar. The fresh state behavior was evaluated in terms of workability (flow table, fall-cone) and adhesion on different application supports through an innovative experimental protocol. The hardened state behavior was evaluated in terms of shrinkage under different temperature and relative humidity conditions, adhesion by direct tensile on different application supports, and mechanical performance (compression, flexion, hardness, drilling).

Keywords : Mortar, aerial lime, tuffeau powder, quarry waste, limestone, finishing coating mortar, drying shrinkage, workability, adhesion, superplasticizer, shrinkage reducing agent, air entraining agent, rheology modifier