



CENTRE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE
DE LA CONSTRUCTION
(CSTC)

ETABLISSEMENT RECONNU PAR APPLICATION DE L'ARRETE-LOI DU 31 JANVIER 1947

INSTITUT ROYAL
DU PATRIMOINE ARTISTIQUE



SERVICES FEDERAUX DES AFFAIRES SCIENTIFIQUES,
TECHNIQUES ET CULTURELLES

Recherche SSTC - Proposition de document prénormatif

Programme d'appui scientifique à la normalisation nationale et européenne (volet II)

EFFICACITE ET DURABILITE DES HYDROFUGES DE SURFACE

Recherche menée du 01/09/1996 au 31/08/1998

RAPPORT DE FIN DE BIENNALE

Sommaire

- 1 - Introduction
- 2 - Méthodologie d'approche
- 3 - Présentation du rapport
- 4 - Conclusions et recommandations
- 5 - Synthèse de la recherche – Proposition prénormative
- 6 - Annexes

*Contrats SSTC/CSTC-NO/D2/017
SSTC/IRPA-NO/39/017*

- *Administrateur du programme : F. Monteny*
- *Promoteur : J. Venstermans*
- *Promoteur associé : Dr. E. De Witte*
- *Rapporteurs : R. De Bruyn, H. De Clercq, E. De Witte, A. Pien*

octobre 1998

1. Introduction

L'eau et l'altération des matériaux

- La dégradation des matériaux concerne indistinctement les ouvrages prestigieux et classés ou le patrimoine courant. Elle est liée, dans la quasi-totalité des cas, à des phénomènes de pénétration d'eau entraînant entre autres : le gel, la dissolution des liants, la migration et la cristallisation des sels, l'attaque par les pluies acides, les développements biologiques, les encrassements....

Produits hydrofuges, situation en Belgique

- Afin de limiter ces dégâts, l'on a vu apparaître ces dernières décennies, des traitements hydrofuges de surface permettant de réduire les pénétrations d'eau de pluie dans les matériaux de construction, sans en modifier sensiblement l'aspect et la diffusion de vapeur d'eau.
- L'utilité indéniable de ces produits pour la durabilité des ouvrages a entraîné, une demande croissante qui, cumulée aux potentialités chimiques existantes, s'est traduit par l'apparition plus ou moins anarchique de très nombreux produits (plus de 200 formulations différentes dans notre pays !). La multitude de produits, cumulée à l'absence de prescriptions et de normes sur le sujet, ont suscité de très nombreuses questions auprès des praticiens, d'autant que les fiches techniques des fabricants ne reprenaient le plus souvent que des informations peu utilisables et que les très rares rapports d'essais existants ne pouvaient être comparés entre eux.
- Face à cette situation, les laboratoires du CSTC et de l'IRPA ont développé depuis plusieurs années, une procédure d'essai qui a permis de tester et d'établir des rapports comparatifs pour une centaine de produits commercialisés en Belgique. Sur base de l'expérience acquise et de l'évolution actuelle du marché vers de nouveaux produits sans solvants, il est apparu opportun de réviser cette procédure d'essai, de l'adapter aux nouvelles formulations, d'en accroître l'efficience et la fiabilité.

Situation internationale

- Au niveau international un constat semblable peut être réalisé, qu'il s'agisse de la demande en produits afin de favoriser la durabilité des matériaux de façades, de la multiplicité des formulations proposées et de l'absence de procédures d'essai et/ou de critères de performance normalisés. Outre les difficultés que cela peut entraîner quant à la sélection des produits par les utilisateurs, ces lacunes ne favorisent pas les travaux de Recherche & Développement des multinationales qui fabriquent les résines mères et la commercialisation de leurs produits dans les différents pays.
- Cette situation risque encore de s'aggraver dans le sens où, en l'absence de prescriptions, les différents comités européens de normalisation spécialisés (TC104-Concrete, TC125-Masonry, TC246-Natural Stone,...) pourraient s'investir séparément dans ce domaine et à édicter des procédures spécifiques à chaque matériau et fondamentalement différentes les unes des autres.
- Il existe donc une nécessité urgente d'aborder globalement le sujet à ce niveau. Dans cette optique, les laboratoires du CSTC et de l'IRPA participeront à un programme 'Standards, measurement & Testing' de la DGXII, récemment introduit et accepté par la CEE. Ce programme qui regroupe les 7 laboratoires de recherche européens les plus concernés et 4 multinationales fabriquant des résines de base, débutera le 01/11/1998, pour une durée de 3 ans. Il vise à définir une procédure standardisée acceptée de tous, qui permette de réaliser des essais semblables menant à des rapports de base valables dans les différents pays. Il constitue donc une opportunité de poursuite idéale au travaux menés en Belgique afin de valoriser et d'élargir les prescriptions d'essai et les critères de performances proposés.

2. Méthodologie d'approche

L'approche menée a été définie et les résultats examinés en comité d'accompagnement lors des réunions :

- 19.09.1996 - voir procès-verbal 96-2
- 10.12.1996 - voir document de travail 96-3 et procès-verbal 96-4.
- 11.03.1997 - voir document de travail 96-5
- voir procès-verbal -KIK 9704
- 27.05.1997 - voir document de travail 97-1
- voir procès-verbal 97/2
- 09.09.1997 - voir document de travail 97/3, proposition de rapport d'avancement de
1ère année
- 18.11.1997 - voir procès-verbal 97/4
-voir documents de travail DWTC-KIK 9705/2 et 9706
- 10.02.1998 - voir procès-verbal 98/3
- 23.04.1998 - voir procès-verbal 98/4
- 17.06.1998 - voir procès-verbal 98/5
- 06.09.1998 et 25.09.1998 -voir rapport final

- Elle est basée sur l'expérience accumulée depuis plus d'une vingtaine d'années par les laboratoires du CSTC et de l'IRPA dans le domaine des hydrofuges et des méthodes d'essais, de même que sur les compétences et la pratique des prescripteurs, des principaux applicateurs et formulateurs de ce type de produit en Belgique et à l'étranger.

- L'élaboration de la proposition de prénorme a été précédée par une mise à jour internationale des éléments disponibles sur le sujet ; que ce soit par une étude bibliographique en ce qui concerne les hydrofuges en général, ou par des contacts directs avec les laboratoires de recherche européens pour les méthodologies d'essais en particulier.

- Au cours des discussions en comité d'accompagnement, les points pour lesquels il semblait exister des lacunes, des doutes ou des avis divergents, ont fait l'objet de campagnes d'essais et les résultats discutés en réunion avant proposition dans la prénorme.

- Il est à noter que les paramètres d'essais ont été retenus en tenant compte de la pratique directe et en réduisant et simplifiant au maximum les procédures, afin d'alléger la méthodologie et à garder des coûts d'essais en rapport avec le marché potentiel de tels produits. Ceci a amené à regret à écarter certains types de supports ou d'essais, en considérant qu'il vaut mieux proposer une procédure simple et susceptible d'évoluer, qu'une démarche complète, mais d'utilisation limitée du fait de sa lourdeur.

3. Présentation du rapport

Indépendamment du sommaire général repris en début de ce document, ce rapport peut être décomposé en 3 parties bien distinctes :

- la première partie descriptive qui reprend ces quatre premiers points,
- la seconde partie, au point 5, qui correspond à la proposition prénormative, c'est-à-dire à la synthèse de la recherche menée,
- la troisième partie enfin, qui reprend le détail de toutes les actions menées dans le but d'aider au choix des paramètres, à la définition de la procédure et à la rédaction de la proposition. Cette troisième partie, de loin la plus volumineuse est reprise sous forme d'une série d'annexes spécifiques à chaque étude.

4. Conclusions et recommandations

La proposition prénormative proposée est basée sur les données internationales les plus récentes, les formulations actuelles, les enseignements de plus de 20 ans d'expériences de chantiers et de laboratoire, ainsi que sur les résultats de nombreux essais complémentaires menés dans le cadre de cette étude. Il faut toutefois être convaincu que toutes ces données, si elles ont permis d'orienter au mieux le choix des paramètres d'essais et des critères de performance, n'ont pas levé toutes les inconnues et incertitudes sur le sujet et que le document proposé est sujet à évolution en fonction des nouvelles connaissances et du développement de nouveaux produits.

La proposition de méthodologie doit également être examinée, non comme un répertoire de tous les essais possibles et imaginables sur les produits hydrofuges, mais comme une base pratique de travail pour l'examen des performances les plus importantes de ces produits. Dans cette optique, nous nous sommes volontairement limités dans le choix des paramètres, afin de ne pas compliquer la procédure et éviter qu'elle se montre peu pratique, voire inutilisable par sa lourdeur.

Dans un proche avenir et plus précisément dès le début du mois de novembre 1998, cette procédure d'essais aura l'avantage d'être proposée comme document de travail dans le cadre d'une recherche européenne 'S.M.T' sur le sujet. Il s'agit là d'une opportunité idéale dans l'optique de la définition d'une prochaine prénorme européenne et indirectement une possibilité d'amélioration rapide de ce document pour son usage au niveau national et international.

Signalons enfin qu'une des priorités futures, consiste à soumettre cette proposition aux groupements spécialisés européens représentatifs des principaux matériaux de construction (béton, maçonnerie, pierre naturelle,...), afin d'attirer leur attention sur l'existence de ce document, de recueillir leurs avis et remarques sur le texte et de connaître leur position quant à l'utilisation de cette méthodologie comme base de travail pour l'élaboration de prescriptions propres à leur domaine.

5. Synthèse de la recherche – Proposition prénormative

Programme d'appui à la normalisation nationale et européenne

TRAITEMENTS D'HYDROFUGATION DE SURFACE

SOMMAIRE

0. Préambule
1. Hydrofuges de surface, définition, mode d'action et formulations concernées
2. Prélèvement, identification et contrôle des produits
3. Sélection des matériaux supports
4. Identification des supports
5. Eprouvettes d'essais, format et nombre
6. Caractérisation et conditionnement des éprouvettes avant traitement
7. Application des produits hydrofuges
8. Conditionnement des éprouvettes après traitement
9. Mesure de l'efficacité des traitements
10. Appréciation de la durabilité des traitements
11. Identification des effets secondaires
12. Proposition de classes de performances

Proposition avancée par les laboratoires du CSTC et de l'IRPA

Contrats *SSTC/CSTC-NO/D2/01701.09.1996* du 31.08.1998

SSTC/IRPA-NO/39/01701.09.1996 du 31.08.1998

0. PREAMBULE

Cette démarche a été possible grâce à l'appui des Services du Premier Ministre Affaires Scientifiques, Techniques et Culturelles (SSTC).

La méthodologie d'essais proposée ci-après et relative aux traitements d'hydrofugation, a été élaborée en commun par les laboratoires du CSTC et de L'IRPA, sur base :

- de l'expérience des 2 laboratoires dans l'élaboration d'avis techniques sur le sujet,
- de contacts industriels et de discussions en groupe de travail,
- d'une approche bibliographique internationale,
- de l'examen des différentes procédures d'essais existant en Europe et des enseignements de recherches spécifiques en laboratoire.

Signalons d'emblée que les performances des produits hydrofuges examinées dans ce document (efficacité, durabilité et effets secondaires sur l'aspect et les caractéristiques hydriques) ne reprennent pas d'éventuelles propriétés complémentaires telles : les effets sur le salissement, sur les développements biologiques, ...qui sont influencées par des considérations indépendantes de la qualité des traitements (matériaux déjà ou non contaminés, environnement, conditions météorologiques,...).

1. HYDROFUGES DE SURFACE, DEFINITION, MODE D'ACTION ET FORMULATIONS CONCERNEES

Définition : dans ce document, le terme ' hydrofuge de surface ' correspond aux produits utilisés pour réduire les pénétrations d'eau dans les matériaux poreux de construction, sans en affecter, de manière sensible, l'aspect ou les possibilités de séchage.

Formulations concernées : les produits, les plus souvent utilisés à l'heure actuelle pour de tels traitements, sont obtenus par dilution dans des solvants organiques ou dans l'eau, de matières actives de type :

- silanes (silicones monomères)
- siloxanes (silicones oligomères)
- siliconates de potasse ou de soude
- stéarates d'aluminium
- copolymères fluorés

Si les produits sont en majorité obtenus par simple dilution d'une solution mère, il existe des solutions élaborées par mélange de deux ou plusieurs des formulations précitées, avec ou sans traces d'adjuvants susceptibles d'apporter des propriétés spécifiques (agents de pontage de fissures, additifs perlants, biocides,...).

Dans le cadre de la procédure, il est décidé de ne pas opérer, sur base des formulations, de sélection restrictive des produits au départ des essais. La concordance ou non à la définition de produit hydrofuge sera définie sur base de l'ensemble des propriétés mesurées et de leur conformité aux critères de performance édictés.

Signalons que la majorité des solutions hydrofuges, appliquées en façades, sont constituées en grande partie de diluants, dont les propriétés peuvent également influencer de manière non négligeable : l'application, les performances initiales, la durabilité et les effets secondaires des traitements réalisés.

2. PRELEVEMENT, IDENTIFICATION ET CONTROLE DES PRODUITS

Prélèvement

Comme signalé au point 1, la plupart des hydrofuges commercialisés sont constitués de produits réactifs, dilués dans des diluants adaptés. Ces produits peuvent éventuellement contenir des catalyseurs qui, en présence d'eau ou d'humidité de l'air, favorisent une polymérisation qui modifie fondamentalement leur concentration et leurs propriétés initiales.

Dans cette optique et afin de pouvoir réaliser un contrôle de qualité, il est important de prévoir une procédure de prélèvement qui exclut toutes possibilités de modification volontaire ou non de la solution ; qu'elle soit liée à la prise d'échantillon auprès des fabricants, détaillants ou sur chantier, au transport vers le laboratoire d'analyse ou encore à la période de stockage en laboratoire.

Dans cette optique, des flacons à pénicilline de contenance adaptée (150 ml) seront préalablement séchés en laboratoire à 105°C jusqu'à poids constants et refroidis dans un dessiccateur avant d'être temporairement obturés à l'aide du bouchon de fermeture en teflon. Sur les lieux de prélèvement, 2 flacons seront remplis par produit à contrôler. Le transfert du produit se réalisera au moyen d'une pipette parfaitement sèche. Les flacons seront fermés immédiatement après le remplissage et scellés par une capsule inviolable en aluminium. Les 2 flacons seront identifiés par le nom du produit, le code de fabrication, la date de prélèvement et le nom de la personne ayant effectué le prélèvement.

L'un des flacons est envoyé aussi rapidement que possible vers le laboratoire pour analyse, l'autre est scellé dans une enveloppe et gardé auprès du fabricant, pour contre-expertise éventuelle.

Identification

Ce protocole d'analyse comprend les phases ci-après :

- Détermination de la teneur en matières sèches par gravimétrie.
Une quantité de 0,5 g de produit est placée dans une coupelle d'aluminium et conditionnée à 20° C et 55 % d'humidité relative (HR). L'ensemble est pesé à intervalle régulier avec une précision de 1/1000 de gramme. Dès que le poids d'équilibre est atteint (écart < 0,01 g entre 2 pesées à 24 heures d'intervalle), on calcule le pourcentage de matière sèche sur base de la perte de matière. Dans le cas où l'on constate une évaporation totale du produit ou l'absence de dépôt après 1 semaine, le test est recommencé. Dans ce cas, l'essai se déroule comme décrit ci-avant, la coupelle étant préalablement chargée de 5 g de poudre de même nature que celle du support d'essais du produit.
Le résultat est exprimé en masse % par rapport à la quantité de produit initialement pesée.
Il est important de signaler que la teneur mesurée en matière sèche, est différente du pourcentage de matières actives utilisées par les formulateurs. Des coefficients de conversion sont publiés à ce sujet par les fabricants de résines mères
- Détermination de la nature des matières actives par "XRF" (X-ray Fluorescence).
Une petite quantité de matière sèche provenant de la mesure précitée de l'extrait sec est analysée en fluorescence X. On détermine, à ce stade, la nature des métaux présents dans le produit (Si, Al, Sn, ...).
La présence de silicium correspond aux produits silicones, d'aluminium à des stéarates d'aluminium; l'existence de faibles quantités d'étain, de titane, de plomb ou de zinc traduisant la présence de catalyseurs.
- Détermination de la composition chimique du solvant et des matières actives par "FTIR" (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) et/ou "GC-MS" (Gas Chromatography-Mass Spectroscopy).
L'identification par FT-IR est basée sur l'absorption des rayonnements infrarouges par les molécules. Le spectre d'analyse des signaux d'absorption met en évidence la nature des liaisons chimiques et permet l'identification du solvant et des composés actifs.
La technique de transmission solide utilisée nécessite 0,25 g de bromure de potassium (KBr) comprimé sous vide dans un moule à une pression de 250 bar, afin d'obtenir une pastille

transparente. On dépose sur cette pastille une goutte de produit hydrofuge, qui à son tour est couverte d'une seconde pastille de KBr, l'ensemble étant ensuite placé dans l'appareil d'analyse. Pour l'analyse de produits hydrofuges polymérisés, on mélange 10 mg de ce produit avec 0,25 g de KBr. Ceci permet d'obtenir, de la manière décrite ci-avant, une pastille transparente servant à l'analyse.

Dans les deux cas, on retient un spectre avec un balayage de 20 à 100 dans la zone de 400 à 4000 cm^{-1} .

La chromatographie en phase gazeuse - spectroscopie de masse (GC-MS) permet d'identifier les composés volatils tels que les solvants de même que les liaisons silanes et oligomères siloxanes. Cette technique est basée sur la séparation des composants des mélanges qui, ensuite, sont identifiés séparément par spectroscopie de masse.

- Détermination par titrimétrie de la teneur en groupes réactifs des silanes et des siloxanes.
La longueur des molécules peut être extrapolée de la teneur en groupes réactifs qui est préalablement définie par titrage volumétrique. Cette technique donne des informations concernant la nature des silicones actifs (silane, siloxane oligomère et/ou polymère) de même qu'une indication d'un éventuel vieillissement du produit.

Contrôle

En complément à l'identification des produits et à la mise en évidence de leurs performances, il est important, en cas de doute ou de litige, de pouvoir identifier ultérieurement de manière simple et rapide si un produit est conforme à la formulation initialement testée.

Cette procédure simplifiée de contrôle a été développée sur base:

- de la détermination de la teneur en matières sèches par gravimétrie,
- de la détermination de la composition chimique du solvant et des matières actives par "FTIR" et/ou "GC-MS".

Les méthodes d'analyses utilisées sont décrites en détail au paragraphe "identification" ci-avant. La principale différence se situe au niveau de l'interprétation des résultats d'analyses qui, dans ce cas de contrôle, se limite à une simple vérification de la conformité des produits par comparaison des résultats obtenus pour l'échantillon et le produit de référence correspondant.

3. SELECTION DES MATERIAUX SUPPORTS

En fonction des habitudes constructives et des ressources naturelles locales, les matériaux rencontrés en façades diffèrent fortement au niveau des pays et des régions. Dans le cadre d'une approche internationale, il est donc souhaitable de non seulement sélectionner quelques supports types représentatifs des éléments les plus couramment rencontrés en façades, mais d'y ajouter également des supports standards qui serviront d'élément de référence et de comparaison lors de l'examen des résultats d'essais.

Compte tenu de l'expérience actuelle et des procédures existantes, on peut envisager comme **supports représentatifs des matériaux rencontrés en façade en Belgique et susceptible de faire l'objet de traitements hydrofuges**:

- 2 pierres blanches calcaires : **Massangis Roche Jaune** et **Savonnières demi-fine**;
- 1 brique de porosité élevée : **Terca, type "Brique rouge moulée de Campine"**

Pour les **supports standards destinés à servir de référence au niveau européen**, ils sont à définir de commun accord par les milieux internationaux concernés, en ayant entre autres comme critères de base :

- une compatibilité physique et chimique avec les traitements envisagés,
- une bonne homogénéité et des garanties de constance dans le temps basées sur une caractérisation complète et sans équivoque;
- le fait d'être aisément disponible et/ou manufacturé.

Dans ce contexte et en fonction des enseignements des travaux de la recherche, on peut retenir en première approche comme supports standards:

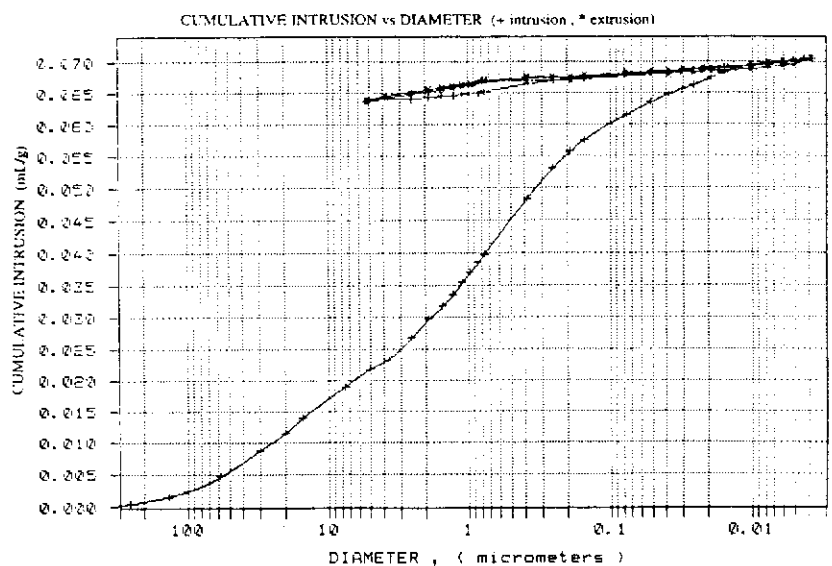
- un **mélange élaboré suivant les prescriptions de la EN 196-1, à l'aide d'un ciment CEM I et en utilisant un facteur E/C= 0,70±0.02**. Le matériau obtenu est représentatif des bétons de faible compacité;
- un **support silico-calcaire fabriqué industriellement**, représentatif des supports hydrauliques relativement poreux de type enduits et mortiers.

4. IDENTIFICATION DES SUPPORTS

Les valeurs reprises ci-après sont indicatives; elles correspondent aux caractéristiques moyennes (6 échantillons) des matériaux réceptionnés et testés dans le cadre de la recherche prénormative. Elles sont soumises à modification éventuelle suivant l'évolution des fabrications des matériaux manufacturés ou de l'exploitation des ressources naturelles.

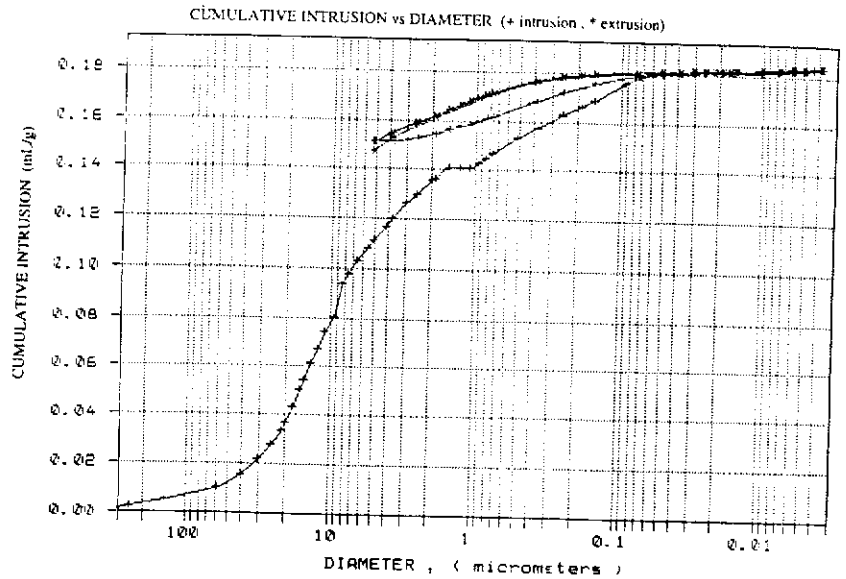
4.1. Pierre calcaire de Massangis Roche Jaune

Masse volumique :
 $2170 \pm 50 \text{ kg/m}^3$
Absorption d'eau sous vide:
 $20 \pm 4 \text{ vol.}\%$
Porosité totale au mercure :
 $16 \pm 3 \text{ vol.}\%$
Répartition des pores
(voir graphique ci-contre)



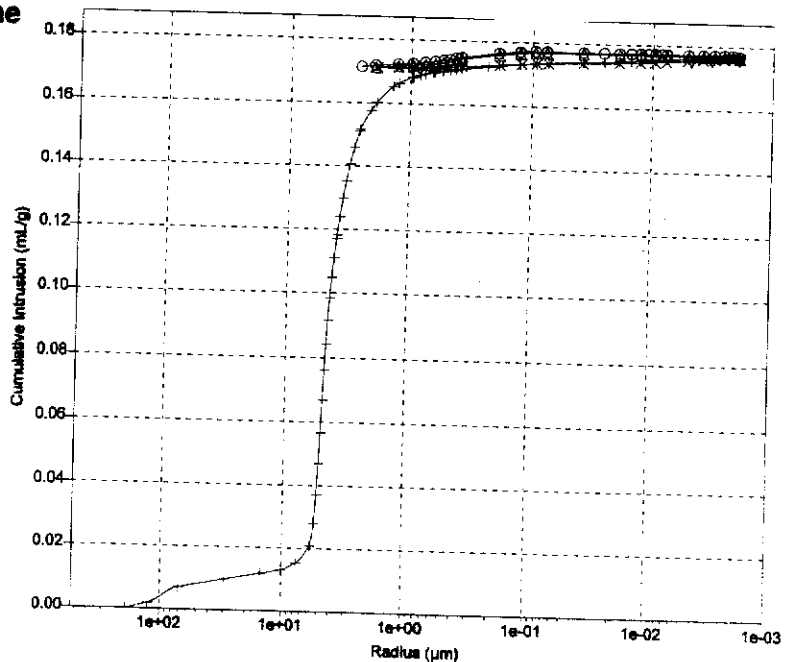
4.2. Pierre calcaire de Savonnières demi-fine

Masse volumique :
 $1670 \pm 40 \text{ kg/m}^3$
 Absorption d'eau sous vide :
 $38 \pm 8 \text{ vol.}\%$
 Porosité totale au mercure :
 $34 \pm \text{vol.}\% 7$
 Répartition des pores
 (voir graphique ci-contre)



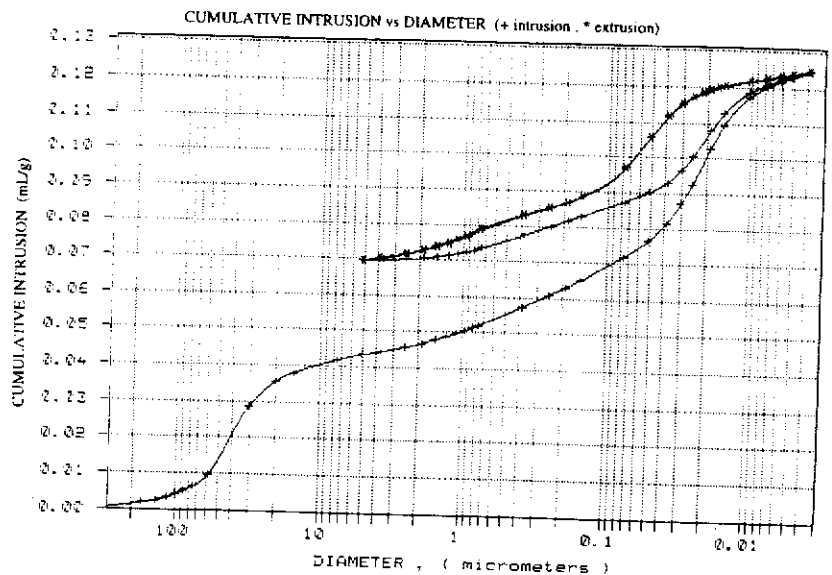
4.3. Brique rouge moulée de Campine

Masse volumique :
 $1820 \pm 50 \text{ kg/m}^3$
 Absorption d'eau sous vide :
 $30 \pm 5 \text{ vol.}\%$
 Porosité totale au mercure :
 $32 \pm 6 \text{ vol.}\%$
 Répartition des pores
 (voir graphique ci-contre)



4.4. Bloc silico-calcaire

Masse volumique :
 $1930 \pm 50 \text{ kg/m}^3$
 Absorption d'eau sous vide:
 $26 \pm 5 \text{ vol.}\%$
 Porosité totale au mercure :
 $25 \pm 5 \text{ vol.}\%$
 Répartition des pores
 (voir graphique ci-contre)



4.5. Support hydraulique (suivant EN 196-1, facteur E/C=0,70)

Masse volumique :

$2100 \pm 50 \text{ kg/m}^3$

Absorption d'eau sous vide:

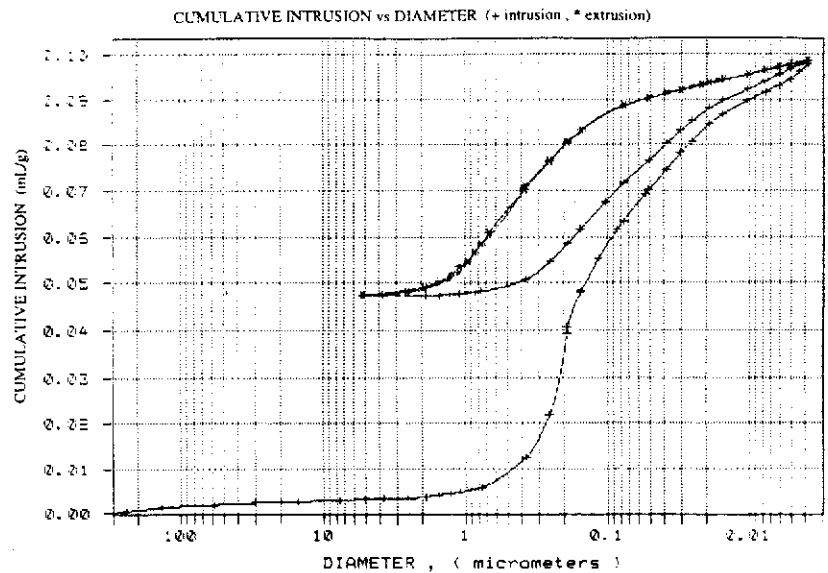
$18 \pm 4 \text{ vol.}\%$

Porosité totale au mercure :

$21 \pm 4 \text{ vol.}\%$

Répartition des pores

(voir graphique ci-contre)



5. EPROUVETTES D'ESSAIS, FORMAT ET NOMBRE

Le choix des dimensions et du nombre minimal d'éprouvettes doit permettre la réalisation de tous les tests envisagés dans la procédure, *en restant aussi conforme que possible avec les prescriptions et/ou normes existantes* et en limitant au maximum l'encombrement des postes d'essais et les coûts liés à la multiplicité des échantillons.

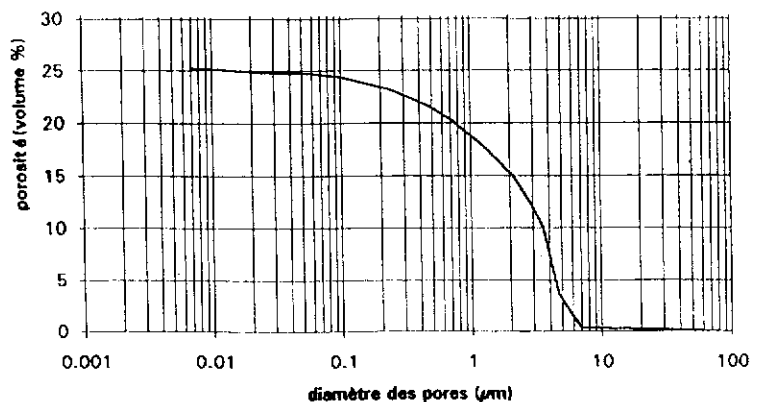
Dans cette optique, on peut retenir par produit testé :

- ◆ pour chacun des 5 matériaux renseignés au point 4 ci-avant, deux éprouvettes de surface utile de $150 \times 50 \text{ mm}^2$ en 20 mm d'épaisseur, pour les mesures d'absorption d'eau à la pipe en verre avant et après traitement, ainsi que pendant et après vieillissement artificiel (les 2 éprouvettes faisant l'objet du vieillissement). Notons que la surface d'essais correspond à la face destinée à rester apparente des matériaux manufacturés (briques et blocs silico-calcaires) et, pour les mortiers fabriqués en laboratoire, les faces latérales contre moule,
- ◆ pour la brique et le bloc silico-calcaire renseignés au point 4 ci-avant, deux éprouvettes cubiques de $50 \times 50 \times 50 \text{ mm}^3$, pour la définition de l'absorption capillaire et de la courbe d'évaporation.
- ◆ une éprouvette, de diamètre 80 mm et d'épaisseur de 10 mm, pour les mesures de diffusion de vapeur d'eau, avant et après traitement.

Etant donné les difficultés de prélèvement de telles éprouvettes dans les matériaux manufacturés, le choix s'est porté sur une plaquette de terre cuite, de qualité constante, de répartition porométrique reprise ci-contre.

La surface à traiter correspond à la face lisse de la plaquette.

Toutes les éprouvettes sont découpées aux outils diamantés avec une précision de $\pm 2 \text{ mm}$ et rincées à l'eau avant conditionnement.



6. CARACTERISATION ET CONDITIONNEMENT DES EPROUVETTES AVANT TRAITEMENT

La caractérisation des éprouvettes d'essais se différencie de l'identification des matériaux (point 4), dans le sens qu'elle concerne les principales caractéristiques susceptibles d'être influencées par les traitements hydrofuges, à savoir : l'absorption d'eau, l'aspect de surface, la vitesse d'évaporation et la diffusion de vapeur d'eau.

Les influences, liées aux traitements, pouvant être plus ou moins faibles et voisines de la dispersion de certains matériaux, il est important de réaliser les essais sur la **même éprouvette** avant et après traitement (éventuellement après les cycles de vieillissement artificiel).

Dans cette optique et après séchage des éprouvettes (max. 60° C) jusqu'à poids constant ($\Delta < 1 \text{ ‰}$ entre 2 pesées à 24 heures d'intervalle), toutes les éprouvettes, identifiées au dos par un code, sont pesées afin de définir le poids initial sec (P(is)).

Par la suite, avant traitement et par produit:

- les 10 (2X5) éprouvettes 150 x 50 x 20 mm³ font l'objet d'une mesure de couleur et de brillance (voir procédures au point 11.1) et de 2 mesures d'absorption d'eau à la pipe en verre (voir point 9);
- les 4 (2x2) éprouvettes 50 x 50 x 50 mm³ font l'objet d'une mesure d'absorption capillaire et de vitesse d'évaporation (voir points 9.2 et 11.2) ;
- la plaquette de terre cuite est soumise à la procédure de mesure de la diffusion de vapeur d'eau (voir 11.2) en veillant à positionner la face (surface lisse) destinée au traitement futur du côté de l'ambiance "sèche".

Les différentes valeurs obtenues lors de ces essais, permettent de caractériser les éprouvettes non traitées. Elles seront à comparer aux références et aux résultats des mesures semblables, réalisées après hydrofugation et/ou éventuellement vieillissement afin de quantifier l'efficacité, la durabilité et les effets secondaires des traitements.

Après les essais de caractérisation, toutes les éprouvettes destinées à l'application des produits (pour rappel, 10 éprouvettes 150 X 50 X 20 mm³, 4 cubes de 50 mm de côté et une plaquette de Ø 80 mm), seront soumises à :

- une immersion totale de 2 heures dans l'eau,
- un conditionnement de 48 heures à 20°C et 55% HR.

7. APPLICATION DES PRODUITS HYDROFUGES

Avant toute utilisation des produits, un examen attentif des notices, étiquettes, fiches techniques et de sécurité, sera mené. Il a pour but de vérifier les dates de péremptions, les manipulations particulières avant utilisation (agitation, éventuels paramètres de mélange ou de dilution, ...), les précautions d'utilisation et d'évacuation des produits.

Le produit prêt à l'emploi est ensuite versé dans un récipient plat de surface minimale de 650 cm² (> 10 x la section des éprouvettes à traiter). Le niveau du produit recouvre de 2 ± 1 mm la partie supérieure des supports placés dans le fond du récipient (voir schéma).



Les éprouvettes conditionnées (voir point 6) sont pesées à 0,01 g (poids initial humide : P (ih)) et posées sur les supports, c'est-à-dire en contact avec le produit hydrofuge, pendant 5 secondes.

Après ce laps de temps, l'éprouvette est retirée de la solution, retournée et pesée aussi rapidement que possible avec une précision de + 0,01 g (poids après application du produit : P (pa)).

Cette manière d'opérer, par contact de surface, évite de nombreuses sources d'erreurs liées à d'autres types d'applications (brosse, spray, ...). D'après l'expérience de laboratoire, elle permet de mettre en œuvre de manière reproductible et sur des surfaces restreintes, des quantités de produits semblables à celles utilisées en pratique sur chantier et renseignées dans les fiches techniques des fabricants.

Les quantités de produits appliquées (Q) sont exprimées en g/m^2 et obtenues par la formule :

$$Q (g / m^2) = \frac{P_{(pa)} - P_{(ih)} (g)}{\text{Surface traitée} (m^2)}$$

8. CONDITIONNEMENT DES EPROUVETTES APRES TRAITEMENT

Après application des produits, les éprouvettes sont conditionnées pendant 7 jours à 20°C et 55 % HR. Les éprouvettes sont placées, face traitée vers le haut et espacées de minimum 100 mm afin de réduire les risques de transferts de produits sous forme gazeuse.

Pour certaines formulations, notamment en phases aqueuses, il se peut que l'efficacité initiale optimale ne soit pas atteinte par ce conditionnement et que des cycles d'humidification et de séchage soient nécessaires afin d'obtenir un délavage des tensioactifs contenus initialement dans les formulations. Même dans ce cas, le conditionnement standard sera respecté et les éventuelles améliorations liées au délavage des additifs tensioactifs seront potentiellement observables, après la première semaine de vieillissement artificiel, par la mesure de l'absorption d'eau à la pipe en verre.

9. MESURE DE L'EFFICACITE DES TRAITEMENTS

9.1. Mesures d'absorption d'eau basse pression

Après la période de conditionnement de 7 jours à 20°C et 55%HR, l'efficacité initiale des traitements hydrofuges est caractérisée par l'examen du comportement à l'eau des surfaces traitées par la mesure de l'absorption d'eau superficielle sous basse pression à la pipe en verre.

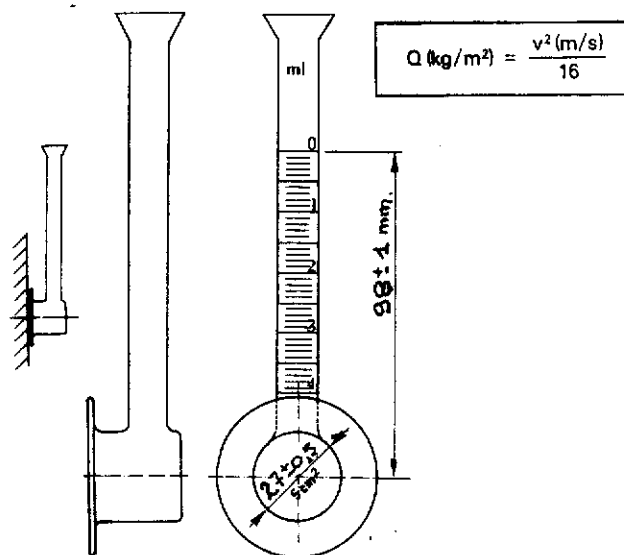
Il s'agit de la méthode définie dans les prescriptions internationales de la RILEM-25PEM et qui consiste à mesurer en fonction du temps, les quantités d'eau susceptibles de pénétrer dans les supports via la surface traitée. La pression d'eau exercée sur la surface est équivalente à 98 mm de hauteur d'eau de la pipe en verre utilisée pour la mesure. Elle correspond à la pression exercée par un vent de l'ordre de 40 m/s (≈ 140 km/h) perpendiculaire à la surface de mesure. Deux mesures sont réalisées sur chacune des deux éprouvettes $150 \times 50 \times 20$ mm³ prévues par traitement et par matériau. Les quantités absorbées sont mesurées après : 5, 10, et 15 minutes et les résultats exprimés en millilitres entre la cinquième et la quinzième minute de l'essai (Δ_{15-5}).

La précision de la mesure est fonction des soins de lecture du niveau inférieur du ménisque de la colonne d'eau sur une échelle graduée en 0.1 ml.

Pour les matériaux très absorbants, c'est-à-dire ceux qui présentent une absorption supérieure à 4 ml après 15 min, il est tenu compte uniquement de temps, exprimé en minutes et secondes, entre la fin du remplissage et la lecture des 4 ml absorbés. Pour la facilité d'interprétation, ce temps est transformé en millilitres potentiellement absorbé par le support en 10 minutes.

De manière pratique, les efficacités sont exprimées en % à l'aide de la formule :

$$\text{efficacité (\%)} = \left(1 - \frac{\Delta_{(15-5)\text{après}}}{\Delta_{(15-5)\text{avant}}}\right) \times 100$$



Pour rappel, la mesure d'absorption à la pipe en verre est non seulement réalisée après les traitements mais également, sur les mêmes éprouvettes et au même endroit, avant les traitements ainsi qu'en cours et après vieillissement artificiel.

Dans tous les cas et avant mesure de l'absorption, les éprouvettes seront en équilibre (masse constante à 1 % près) en ambiance de 20°C, 55 % HR.

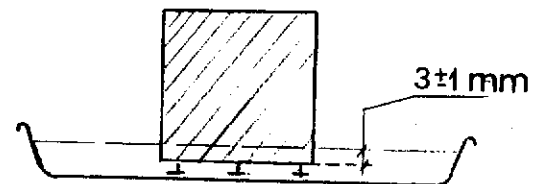
9.2. Mesure de l'absorption d'eau par capillarité.

Cette mesure concerne les 4 éprouvettes cubiques de matériau silico-calcaire et de brique de 50 mm de côté. Elle est menée sur les mêmes éprouvettes avant et après traitement, ainsi qu'après les cycles de vieillissement artificiel. Pour les mesures après traitement, une période de conditionnement de 7 jours à 20 °C et 55 % HR est respectée.

Afin d'éviter les phénomènes d'effets de bords lors de l'absorption capillaire, les 4 faces latérales des éprouvettes, sont soigneusement couvertes au pinceau d'une couche d'époxy tixotrope, sur une hauteur de 5 ± 1 mm à compter à partir de la face traitée. Avant polymérisation de la résine, les 4 faces sont recouvertes d'une feuille d'aluminium, en s'assurant de la bonne adhérence de l'aluminium avec l'époxy non encore polymérisé. Les éprouvettes sont ensuite placées en étuve à 45°C jusqu'à poids constant ($\pm 1/100$ en masse, précision de la pesée de 1/100 de g.) et placées dans un dessiccateur à 20°C jusqu'au moment des essais. La procédure d'essai est inspirée des prescriptions RILEM 25 PEM(II-6).

Après pesée initiale (± 0.01 g), la surface traitée des échantillons est immergée sous 2 mm d'eau, dans un récipient muni d'un couvercle. Après des délais de 1, 3, 5, 10, 15, 30, 60, 480 et 1440, 2880 minutes, les éprouvettes sont prélevées, la surface en contact avec l'eau tamponnée précautionneusement à l'aide d'une peau de chamois humide et les poids définis avec une précision du centième de gramme.

Les résultats obtenus sont reportés en graphique et permettent de calculer la vitesse d'absorption d'eau durant la phase capillaire (généralement la première droite du graphique obtenu) et la quantité d'eau absorbée à la fin de la durée de l'essai.



10. APPRECIATION DE LA DURABILITE DES TRAITEMENTS

La durabilité est l'aptitude d'un traitement à garder ses caractéristiques initiales dans des conditions normales d'exposition aux contraintes de l'environnement.

Suite aux contacts avec les laboratoires spécialisés des fabricants de résines silicones, il est apparu comme difficile de définir de manière limitative les contraintes susceptibles d'altérer ce type de traitement.

Dans cette optique et sur base d'essais comparatifs réalisés à l'aide de différents appareillages, il apparaît souhaitable de retenir pour des essais de vieillissement en laboratoire, les contraintes : de rayonnement ultraviolet, de température et d'humidification.

Les cycles retenus sont ceux prescrit dans la norme SAE J1960 (JUN89) 'ACCELERATED EXPOSURE OF AUTOMOTIVE EXTERIOR MATERIALS USING A CONTROLLED IRRADIANCE WATER-COOLED XENON ARC'.

Deux éprouvettes prismatiques de $150 \times 50 \times 20$ mm³ sont considérées par type de support et de produit (total 10 éprouvettes), ainsi que les 4 éprouvettes cubiques.

Le vieillissement artificiel total comprend 448 cycles, décomposés en :

- 40 minutes de rayonnement de la lampe xénon (irradiance de 0.55 ± 0.01 W/m² à 340 nm) à la température de 70 ± 2 °C au corps noir ;
- 20 minutes de rayonnement défini ci-avant, avec pulvérisation d'eau (température de 70 ± 2 °C au corps noir) ;
- 60 minutes de rayonnement décrit ci-avant, à la température de 70 ± 2 °C au corps noir ;
- 60 minutes de pulvérisation d'eau à la température ambiante de 38 ± 2 °C.

L'efficacité des traitements est appréciée : par mesures de l'absorption d'eau de surface à la pipe en verre (voir point 9.1) avant vieillissement, après 56 cycles, 224 cycles et 448 cycles, ainsi que par mesures d'absorption capillaire avant et après les 448 cycles de vieillissement artificiel.

L'évolution de la durabilité est obtenue par comparaison des mesures précitées.

Rappelons que les éprouvettes doivent, avant réalisation des mesures, être en équilibre (masses constantes à 1 % près) en ambiance de 20°C et 55 % HR.

11. IDENTIFICATION DES EFFETS SECONDAIRES

Les effets secondaires directs des produits hydrofuges considérés dans ce cas sont liés à des modifications non souhaitées et qui peuvent limiter l'application de ces traitements. Ceci par opposition à des effets complémentaires indirects et favorables comme par exemple la réduction des encrassements ou des développements biologiques et qui ne sont pas considérés dans le cadre de cette proposition.

11.1. Influence sur l'aspect

L'influence des traitements sur l'aspect peut être liée à une modification de la tonalité et/ou de la brillance. L'expérience montre que ces produits incolores peuvent accentuer l'une et/ou l'autre de ces caractéristiques de surface, de manière proportionnelle aux quantités mises en œuvre et aux concentrations en matières actives des solutions appliquées.

Les mesures de l'influence se réalisent, comme toutes les autres mesures, un minimum de 7 jours après application des produits (voir point 6). Elles consistent à comparer les résultats obtenus avant et après traitement sur les deux éprouvettes d'essai prévues par type de matériau support et au mêmes endroits (annotés pour plus de précision).

11.1.1. Mesures de la couleur

Compte tenu de l'hétérogénéité d'aspect des matériaux considérés par les traitements, le colorimètre utilisé présentera une fenêtre de mesure aussi large que possible, compatible avec la dimension des éprouvettes à tester (150 X 50 X 20 mm³). Dans le cas contraire, on tiendra compte de la moyenne d'un nombre d'autant plus important de résultats que la fenêtre de mesure est petite, en considérant une surface de mesure totale de ≈ 20 cm² au minimum. La mesure est menée conformément aux prescriptions de la CIE-1976, à l'aide d'un chromamètre à éclairage arc xénon pulsé (PXA), index C, géométrie "wide area/0°", mesures exprimées selon L*a*b*.

L'écart entre les mesures avant et après traitement est calculé à l'aide de la formule :

$$\Delta E^*_{ab} = (\Delta^*L^2 + \Delta^*a^2 + \Delta^*b^2)^{1/2}$$

et la moyenne calculée sur base des 4 mesures (2 mesures sur chaque éprouvette). Le résultat est exprimé avec une précision d'une unité de ΔE.

11.1.2. Mesure de la brillance

L'influence sur la brillance est mesurée sur les mêmes éprouvettes 150 X 50 X 20 mm³, avant et minimum 7 jours après application du produit hydrofuge. L'appareillage utilisé est conforme à la norme ISO 2813 et la mesure s'effectue sous un angle de 60°. Afin de réduire les erreurs liées à la dispersion de surface des matériaux supports, l'appareil est positionné avec précision sur des emplacements de mesure annotés. L'écart de brillance est calculé par différence de la mesure avant et après traitement. Le résultat est exprimé avec une précision d'une unité de brillance.

11.2. Influence sur les caractéristiques hydriques de surface

Les caractéristiques hydriques de surface identifient non seulement les potentialités de pénétration d'eau venant de l'extérieur dans les matériaux (voir efficacité des traitements - point 9), mais également les possibilités de passage vers l'extérieur de l'eau contenue dans les supports. Le maintien de cette dernière propriété est important dans la mesure où elle permet l'évacuation des pénétrations accidentelles, des condensations internes, de la vapeur d'eau et permet de maintenir un matériau aussi sec que possible.

Dans cette optique, les deux méthodes d'essai les plus adaptées concernent :

- la mesure de la diffusion de vapeur d'eau, qui caractérise le transfert de l'eau sous forme de vapeur et correspond aux possibilités d'assèchement d'un matériau relativement sec ;
- la mesure de la vitesse d'évaporation, qui caractérise le transfert de l'eau sous forme liquide et vapeur et traduit la possibilité d'assèchement d'un matériau fortement humide.

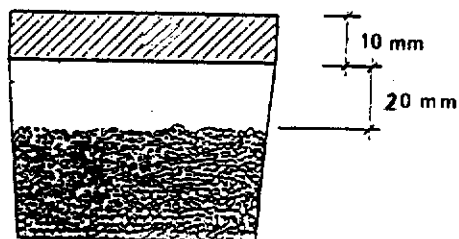
11.2.1. Mesure de la diffusion de vapeur d'eau

Cette mesure est réalisée sur la même plaquette d'essai \varnothing 80mm et épaisseur de 10mm (voir identification au point 5), avant et après le traitement hydrofuge.

La méthode d'essai s'inspire des prescriptions de la RILEM-25PEM et de la norme DIN 52615.

L'ambiance d'essai est conditionnée à 20°C et 55 %

HR et le récipient rempli de silicagel jusqu'à 10 mm de la surface de l'éprouvette.



Rappelons que le délai entre le traitement et l'essai est de minimum 7 jours et que, lors de l'essai, la face traitée de l'éprouvette est placée du côté de l'ambiance sèche (côté silicagel).

11.2.2. Mesure de la vitesse d'évaporation (voir RILEM-25 PEM-essai II.5)

Cette mesure est menée sur les éprouvettes cubiques (50 X 50 X 50 mm³) de brique et de matériau silico-calcaire, avant et après traitement. En pratique et par facilité, les mesures de vitesse d'évaporation se réalisent sur les mêmes éprouvettes et directement après les essais d'absorption par capillarité définis au point 9.2.

Après les essais d'absorption précités, les éprouvettes recouvertes d'une feuille d'aluminium sur les 4 faces latérales (avec encollage partiel à l'époxy- voir préparation des éprouvettes au point 9.2), sont mises sous eau durant 24 heures, prélevées, la surface en contact avec l'eau tamponnée précautionneusement à l'aide d'une peau de chamois et les poids définis avec une précision du centième de gramme.

La face libre opposée au traitement est ensuite également couverte d'aluminium, en assurant l'étanchéité avec les faces latérales déjà protégées.

Les éprouvettes sont ensuite conditionnées à 20°C et 55% HR, face hydrofugée vers le haut.

La vitesse d'évaporation est mesurée par pesées (précisions de 0.01 g) après 1, 2, 3, 5, 10, 24, 48, 96 et 192 heures et les valeurs portées en graphique (en ordonnée les pertes de poids, en abscisse le temps en heures).

Pour les matériaux considérés dans cette approche, la potentialité d'évaporation après traitements est définie par le rapport des évaporations mesurées entre 96 et 192 heures, respectivement pour le support traité et non traité.

12 PROPOSITION DE CLASSES DE PERFORMANCE

Comme dans le cadre de la procédure il est décidé de ne pas opérer de sélection restrictive des produits au départ des essais, la concordance ou non à la définition de produit hydrofuge, est à définir sur base de l'ensemble des résultats d'essais examinés aux points précédents. Dans cette optique, les classes de performance ci-après visent à définir des critères permettant de juger de la concordance des performances mesurées à celles généralement admises et souhaitables pour un traitement hydrofuge de qualité. Il est évident que les valeurs citées sont indicatives et peuvent être écartées si elles ne correspondent pas au cas rencontré et/ou considérées avec plus de sévérité ou de manière moins restrictive en fonction d'utilisations particulières. Notons qu'en général les classes de performance sont renseignées par type de support, c'est-à-dire qu'un produit peut par exemple appartenir à une certaine classe de performance pour une pierre naturelle, à une autre pour le mortier et le béton, et à une troisième pour la brique.

Classes d'efficacité initiale et de durabilité :

- **Mesure d'absorption d'eau sous basse pression :** l'efficacité calculée entre les absorptions obtenues sur matériau traité et non traité sera :

classe	efficacité calculée
A	eff. > 95 %
B	85 % < eff. < 95 %
C	75 % < eff. < 85 %
D	eff. < 75 %

- **Mesure de l'absorption d'eau par capillarité :** la vitesse d'absorption (coefficient angulaire de la courbe d'absorption) après traitement (efficacité initiale) ou après vieillissement (durabilité), comparée à la vitesse d'absorption avant traitement, sera :

classe	absorption relative
A	abs. < 5 %
B1	abs. < 5 % (premières 60 minutes) 5 % < abs. < 15 % (après)
B2	5 % < abs. < 15 %
C	15 % < abs. < 25 %
D	abs. > 25 %

Critères liés aux effets secondaires :

- **Mesure de la couleur :** les écarts ($\Delta E^*_{ab} = (\Delta^*L^2 + \Delta^*a^2 + \Delta^*b^2)^{1/2}$) des moyennes des 4 mesures de couleur réalisées aux mêmes endroits, avant et après traitement, seront :

classe	écart calculé
A	$\Delta E < 6$ unités
B	$\Delta E > 6$ unités

- **Mesure de la brillance :** la moyenne de différences entre les 2 mesures réalisées sur les mêmes éprouvettes et au même emplacement, avant et après traitement, sera :

classe	écart calculé
A	écart < 3 unités
B	écart > 3 unités

- **Mesure de la diffusion de vapeur d'eau :** la réduction de la diffusion de vapeur d'eau du support standard suite au traitement sera :

classe	réduction de diffusion
A	red. < 10 %
B	10 % < red. < 20 %
C	20 % < red. < 40 %
D	red. > 40 %

- **Mesure de la vitesse d'évaporation :** le rapport des coefficients angulaires des courbes d'évaporation entre la 96^{ème} et 192^{ème} heure d'essai, sera :

classe	Rapport des évaporations avant et après traitement
A	> 90 %
B	60 % < . < 90 %
C	30 % < . < 60 %
D	< 30 %

6 Annexes

Les différents documents repris en annexes concernent des approches menées en laboratoire, in situ et auprès des formulateurs et des fabricants.

Elles ont été menées dans l'optique d'optimiser le travail (approches bibliographiques, contacts internationaux,...), de combler des inconnues et de résoudre au mieux des problèmes rencontrés dans l'élaboration des méthodes d'essais.

Les résultats et enseignements de ces approches ont été discutés en comité d'accompagnement dans le but de sélectionner et de définir de manière aussi adaptée que possible les paramètres de la procédure d'essais proposée. Le détail des résultats de ces travaux sont repris aux annexes 1 à 14 ci-après :

- Annexe 1, 'CONTACTS INDUSTRIELS – COMITE D'ACCOMPAGNEMENT'
- Annexe 2, 'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE DES METHODOLOGIES D'ESSAIS POUR
TRAITEMENTS HYDROFUGES'
- Annexe 3, 'APPROCHE EUROPEENNE DES METHODOLOGIES D'ESSAIS'
- Annexe 4, 'ETUDE RELATIVE AUX SUPPORTS BRIQUES ET PIERRES BLANCHES'
- Annexe 5, 'ETUDE RELATIVE AUX SUPPORTS A LIANTS HYDRAULIQUES'
- Annexe 5 bis, 'APPROCHE COMPLÉMENTAIRE DE L'HOMOGENEITE DE MATERIAU
SILICO CALCAIRE'
- Annexe 6, 'APPLICATION DES HYDROFUGES-DETERMINATION DU TEMPS DE
CONTACT - ESSAIS EN LABORATOIRE ET IN SITU'
- Annexe 7, 'PRELEVEMENT, IDENTIFICATION ET CONTROLE DES PRODUITS
HYDROFUGES'
- Annexe 8, 'CONDITIONNEMENT DES EPROUVETTES AVANT ET APRES
TRAITEMENTS'
- Annexe 9, 'ESSAIS CROISES DE REPARTITION POROMETRIQUE AU POROSIMETRE
MICROMERITICS'
- Annexe 10, 'MESURE DE L'ABSORPTION D'EAU DES SUPPORTS TRAITES A LA PIPE
DE KARSTEN'
- Annexe 11, 'MESURE DE L'EFFICACITE DES TRAITEMENTS- APPROCHE DES PLUIES
BATTANTES ET DES INTENSITES DE VENT EN BELGIQUE'
- Annexe 12, 'CAMPAGNE D'ESSAIS'
- Annexe 13, 'EVALUATION DES TECHNIQUES DE VIEILLISSEMENT'
- Annexe 14, 'MICROSCOPIE ELECTRONIQUE – IMAGES DE L'ANNEXE 13'





La responsabilité scientifique de ce rapport est assumée par les auteurs.
Pour de plus amples informations concernant le programme d'appui scientifique à la Normalisation,
veuillez contacter le responsable-SSTC du programme:

Anna CALDERONE
Tel.: (02) 238 34 40
Fax: (02) 230 59 12
E-mail: cald@belspo.be

SSTC Homepage: <http://www.belspo.be>

SSTC - TRAITEMENTS HYDROFUGES

CSTC

CONTACTS INDUSTRIELS – COMITE D'ACCOMPAGNEMENTS**1. CONTACTS INDUSTRIELS**

De manière systématique, les laboratoires du CSTC et de l'IRPA ont mené des contacts avec la quasi totalité des fabricants de résines hydrophobes, de formulateurs et de distributeurs de produits présents sur le marché belge. Ces contacts, étalés sur près d'une vingtaine d'années, se sont notamment déroulés dans le cadre de la réalisation d'essais visant à mettre en évidence : l'efficacité, la durabilité et les effets secondaires des traitements hydrofuges sur l'aspect et la diffusion de vapeur d'eau.

A titre indicatif, le tableau en pages 3 et 4 reprend, de manière non limitative, les différents contacts industriels menés dans ce contexte et les rapports correspondants.

Signalons que les contacts concernent non seulement des entreprises implantées en Belgique (majorité de PME formulatrices et distributrices) mais également des multinationales spécialisées dans la fabrication des résines de base.

2. COMITE D'ACCOMPAGNEMENT DE LA RECHERCHE

Contractuellement, un groupe de travail a été créé afin de :

- suivre et veiller à la cohérence de l'ensemble des actions mises en oeuvre dans le cadre de la recherche,
- préciser les besoins des utilisateurs-consommateurs et de favoriser l'adéquation entre les résultats attendus de la recherche et les attentes des milieux concernés,
- contribuer au transfert et à la valorisation scientifique des résultats des travaux.

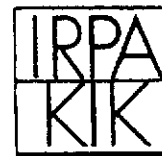
Ce groupe est constitué des représentants suivants :

ADMINISTRATEUR DU PROGRAMME	: F. Monteny
DIRECTION AGREMENT & SPECIFICATION	: L. Busschaert
INSTITUT BELGE DE NORMALISATION	: J. Wustenberghs
MINISTERIE VAN VLAAMSE GEMEENSCHAP (AROHM)	: K. Robijn
MINISTERE WALLON DE L'EQUIPEMENT & DES TRANSPORTS	: J. Wiertz
REPRESENTANTS INDUSTRIELS	: {REWAH : R. Keppens {TECHNICHEM : C. Pien
RAPPORTEURS	: CSTC : R. De Bruyn & A. Pien IRPA : E. De Witte & H. Declerck



WETENSCHAPPELIJK EN TECHNISCH CENTRUM
VOOR HET BOUWBEDRIJF
CENTRE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE
DE LA CONSTRUCTION

INSTITUT ROYAL
DU PATRIMOINE ARTISTIQUE
KONINKLIJK INSTITUUT VOOR
HET KUNSTPATRIMONIUM



**EFFICACITE ET DURABILITE DES HYDROFUGES DE SURFACE
DOELTREFFENDHEID EN DUURZAAMHEID VAN HYDROFOBEERMIDDELEN**

01/09/1996 - 31/08/1998

EINDVERSLAG - RAPPORT DE FIN DE BIENNALE

Annexe 1, 'CONTACTS INDUSTRIELS - COMITE D'ACCOMPAGNEMENT'

Bijlage 2, 'LITERATUURSTUDIE VAN DE PROEFMETHODES VOOR VOCHTWERENDE
BEHANDELINGEN'

Annexe 3, 'APPROCHE EUROPEENNE DES METHODOLOGIES D'ESSAIS'

Annexe 4, 'ETUDE RELATIVE AUX SUPPORTS BRIQUES ET PIERRES BLANCHES'

Annexe 5, 'ETUDE RELATIVE AUX SUPPORTS A LIANTS HYDRAULIQUES'

Annexe 5 bis, 'APPROCHE COMPLEMENTAIRE DE L'HOMOGENEITE DE MATERIAU SILICO
CALCAIRE'

Bijlage 6, 'AANBRENGEN VAN HET HYDROFOBEERMIDDEL - BEPALING VAN DE CONTACTTIJD -
PROEVEN IN HET LABORATORIUM EN IN SITU'

Bijlage 7, 'MONSTERNAME, IDENTIFICATIE EN CONTROLE VAN HYDROFOBEERMIDDELEN'

Annexe 8, 'CONDITIONNEMENT DES EPROUVETTES AVANT ET APRES TRAITEMENTS'

Annexe 9, 'ESSAIS CROISES DE REPARTITION POROMETRIQUE AU POROSIMETRE MICROMERITICS'

Bijlage 10, 'WATEROPTIEMETINGEN MET HET KARSTEN PIJPJE OP BEHANDELDE SUBSTRATEN'

Annexe 11, 'MESURE DE L'EFFICACITE DES TRAITEMENTS- APPROCHE DES PLUIES BATTANTES
ET DES INTENSITES DE VENT EN BELGIQUE'

Annexe 12, 'CAMPAGNE D'ESSAIS'

Bijlage 13, 'EVALUATIE VEROUDERINGSTECHNIEKEN'

Bijlage 14, 'SEM-AFBEELDINGEN M.B.T. BIJLAGE 13'

PRODUIT	FIRME	TYPE	RAPPORT D'ESSAIS CSTC	
			Année	N° de rapport
Alpha Si 20 plus	Sikkens	siloxanes oligomères	1986	HD 340/133-24
Aquaguard	KEM	silicones polymères	1989	HD 340/133-37
Aquastop	Sika	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-66
Athos C 88	Athos	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-43
Auberac incolore	Trimetal	siloxanes oligomères	1986	HD 340/133-34
Auberac kleurloos/TPC	Trimetal	silicones polymères	1983	HD 340/133-20
Bayer LO-N	Bayer	siloxanes oligomères	1986	HD 340/133-32'
Bayer LF	Bayer	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-51
Baysilone LV (10 %)	Bayer	silicones polymères	1983	HD 340/133-21
Baysilone VP AI 3462	Bayer	silanes-siloxanes	1996	HD 340/133-82
Bucolan Super	Solar	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-96
C 108	Croda-Castelein	siloxanes oligomères	1986	HD 340/133-35
Capilasil	Beal International	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-83
C.R.P. Hydrosil Z	C.R.P.	siliconates	1983	HD 340/133-19
Colyfuge HL 100	Colymit	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-84
Comrag	Composil Europe	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-70
Conservado 5	Sobedif	siliconates	1981	
Demula siloxaan	Demula	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-85
Dermofilm invisible	Wyns Bristol	produit combiné	1989	HD 340/133-52
Dothée-DO-SN	Dothée	silicones polymères	1982	HD 340/133-11
Drisol 44	Dow Corning	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-77
Drisol 55	Dow Corning	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-78
Durcidry	R.D.I.	siliconates	1989	HD 340/133-39
Dynasytan BSM 100 W	Hüls	silanes	1992	HD 340/133-60
Dynasytan BSM 40 (10%)	Hüls	silanes	1981	
Dynasytan BSM 40 S0	Hüls	silanes	1983	HD 340/133-17
Econosil	Rewah	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-93
Eurosil	Euronet	produit combiné	1989	HD 340/133-45
Enviroseal D7 for brick	HSC Belgium	silanes-siloxanes	1996	HD 340/133-99
FTB Hydro 10	FTB Restoration	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-86
Funcosil-Hydro 2000	Remmers	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-64
Funcosil-SNL	Remmers	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-65
Genisil	Genisol	produit combiné	1986	HD 340/133-31
Hydral H 224	Erintec	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-59
Hydreny	M. Teyssen	polystyrène-méthylène	1996	HD 340/133-98
Hydrobat	R.D.I.	stéarates d'aluminium	1981	HD 340/133-09
Hydrobat 2000	Zep Belgium (RDI)	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-103
Hydrobat S	R.D.I.	silicones polymères	1989	HD 340/133-40
Hydrofuge RC	Rolland's Co.	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-94
Hydrofuge SH	Weber & Broutin	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-74
Hydrophob PU	Libert Paints	polyuréthanes	1996	HD 340/133-90
Hydropore	Pieri Belgium	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-53
Hydrosealant K	Turco	siloxanes oligomères	1986	HD 340/133-25
Hydrosil LK	Cospi	silicones polymères	1989	HD 340/133-50
Hydrostop	Libert Paints	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-89
Hydrotex speciaal	Prochemco	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-36
Imlar CPC	DuPont de Nemours	dispersion acrylique	1986	HD 340/133-29
Imperplex kleurloos	Imperplex	polyméthylmétacrylate	1995	HD 340/133-79
Impervo	National Chemsearch	silicones polymères	1982	HD 340/133-15
Indusil	Indureg Chemicals	produit combiné	1982	HD 340/133-10
Indusil 10	Indureg Chemicals	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-87
Indusil 10 / SAV	Indureg Chemicals	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-88
K 154	Pentagon Plastics	stéarates d'aluminium	1981	
K 501	Pentagon Plastics	silanes-siloxanes	1996	HD 340/133-91
K 2000	Pentagon Plastics	produit combiné	1989	HD 340/133-38
N.T.C.M.	N.T.C.M.	siloxanes oligomères	1986	HD 340/133-26
Parafuge SX 29	DL Chemicals	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-58'
Parafuge SX 09	DL Chemicals	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-57'
Pelicoat	Pelicoat	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-71

Remarque

En fonction des problèmes techniques particuliers, d'autres personnes peuvent être invitées à participer aux travaux du comité, après accord préalable des membres.

Ce comité s'est réuni aux dates reprises ci-après :

- 19 septembre 1996
- 10 décembre 1996
- 11 mars 1997
- 27 mai 1997.

Les discussions, remarques et décisions prises en Comité font l'objet de procès-verbaux élaborés pour chaque réunion et mis à l'approbation lors de la réunion suivante.

PRODUIT	FIRME	TYPE	RAPPORT D'ESSAIS CSTC	
			Année	N° de rapport
Phoba 10	Pieri Belgium	fluoro-acrylique	1986	HD 340/133-27
Prestasil 100	Impresta	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-56
Prestasil 23	Impresta	siliconates	1992	HD 340/133-55
Promasil Hydrofob AS 50	Solar	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-96'
Prosil Hydrofob AS 50	Solar	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-67
Protectosil 340	Degussa	silanes	1992	HD 340/133-68
Protectosil 820	Degussa	silanes	1992	HD 340/133-69
Redisil Aqua	Rewah	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-62
Redisil Perlant	Rewah	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-41
Redisil S	Rewah	siloxanes oligomères	1992	HD 340/133-61
Restoprotect 10	Resto Bouwspecialiteiten	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-92
Rhodorsil 224	Rhône-Poulenc	siloxanes oligomères	1986	HD 340/133-28
Rhodorsil 4518	Rhône-Poulenc	silicones polymères	1984	HD 340/133-22
Rhodorsil 240 (9 %)	Rhône-Poulenc	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-80
Rubson Invisible	Rubson	silicones polymères	1983	HD 340/133-16
Saptofuge	Akzo Nobel Coatings	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-81
Sarpydro	Sarpap	stéarates d'aluminium	1983	HD 340/133-18
Secco	Mathys	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-72
Sigmasil	Sigma Coatings	produit combiné	1989	HD 340/133-42
Sikagard 701W	Sika	silanes	1996	HD 340/133-95
Sil-An-Sec	Muylle-Facon	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-75
Technifuge	Technichem	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-97
Technisil	Technichem	produit combiné	1986	HD 340/133-30
Tegosivin HL 100 (10 %)	Goldschmidt	siloxanes oligomères	1982	HD 340/133-14
Tegosivin HL 100+K	Goldschmidt	siloxanes oligomères	1986	HD 340/133-33
Tegosivin HL 200	Goldschmidt	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-46
Tegosivin RS 328	Goldschmidt	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-76
Thoroclear 777	Thoro	silicones polymères	1981	
Tightsilane Super	Alpha Prime	siloxanes oligomères	1995	HD 340/133-73
Transkote	Essebel	stéarates d'aluminium	1981	
Trimetal DC 1833 C	Trimetal	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-47
Trimetal Hydrofuge	Akzo Nobel Coatings	siloxanes oligomères	1996	HD 340/133-81'
Ucefuge	Asphaltco	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-44
Wacker 190 L (10 %)	Wacker Chemie	silicones polymères	1981	
Wacker 280	Wacker Chemie	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-48
Wacker 290 L (10 %)	Wacker Chemie	siloxanes oligomères	1981	
Wacker BS 1000 (1:13)	Wacker Chemie	silanes-siloxanes	1996	HD 340/133-101
Wacker BS 1000 (1:6)	Wacker Chemie	silanes-siloxanes	1996	HD 340/133-100
Wacker BS 1001 (1:4)	Wacker Chemie	silanes-siloxanes	1996	HD 340/133-102
Wacker VP 1311	Wacker Chemie	siloxanes oligomères	1989	HD 340/133-49

DWTC - VOCHTWERENDE BEHANDELINGEN

IRPA-KIK

LITERATUURSTUDIE VAN DE PROEFMETHODES VOOR VOCHTWERENDE BEHANDELINGEN

1. Inleiding.

Dit document omvat een overzicht van de onderzoeken van de efficiëntie van vochtwerende behandelingen in Europa, meer specifiek :

- Aard en concentratie van het vochtwerend produkt
- Type substraat
- Beschrijving van de behandeling
- Conditie na de behandeling
- Aard van de uitgevoerde testen ter evaluatie van de behandeling
- Type veroudering

2 . Overzicht en resultaten van de bestudeerde referenties.

De hierna volgende tabellen omvatten :

- tabel 1 : een overzicht van de bestudeerde referenties
- tabel 2 : een overzicht van de chemische aard van het vochtwerend produkt voor verschillende landen
- tabel 3 : een overzicht van het type substraat
- tabel 4 : een overzicht van de aard van de testen ter evaluatie van de efficiëntie van de behandeling
- tabel 5 : een overzicht van de aard van de uitgevoerde verouderingscycli uitgevoerd ter evaluatie van de behandeling.

SSTC – TRAITEMENTS HYDROFUGES

CSTC

APPROCHE EUROPEENNE DES METHODOLOGIES D'ESSAIS

Dès le début de l'étude, il a été décidé, en accord avec le comité d'accompagnement, d'examiner les différentes approches et méthodes d'essais utilisées au niveau international afin de caractériser les traitements d'hydrofugation.

En ce qui concerne les traitements destinés aux ouvrages du patrimoine courant, une enquête a été lancée via l'ENBRI (European Network of Building Research Institute) auprès des laboratoires concernés.

Les laboratoires contactés et les données issues de cette enquête sont résumés aux tableaux aux pages suivantes.

Il faut savoir que ces données ne constituent pas une fin en soi, mais représentent une base de travail privilégiée pour le choix ultérieur des paramètres en comité d'accompagnement.

Dans le cas du traitement des ouvrages classés, une approche semblable a été réalisée par les laboratoires de l'IRPA et les résultats sont repris en annexe 2.

Remarques générales

- ◆ Comme l'on pouvait s'y attendre, l'enquête, auprès des laboratoires des centres européens du bâtiment, met en évidence les lacunes à tous les niveaux des méthodologies d'essais, qu'il s'agisse : des produits concernés, des supports (types, nombres et dimensions), des conditionnements avant et après traitements, des mesures de l'efficacité, de la durabilité et des effets secondaires des traitements.
- ◆ Si ces lacunes peuvent s'expliquer en partie par l'absence de normes européennes en la matière, il est étonnant de constater que très peu de laboratoires ont recherché à s'aligner sur des prescriptions existantes et notamment sur celles édictées, à la fin des années 70 par la RILEM (Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais et de Recherches sur les Matériaux et les Constructions) et l'UNESCO (Recommandations du groupe 25 PEM. Méthodes expérimentales. Altération et Protection des Monuments en Pierre).

- ◆ Dans la mesure où elles sont d'application, les actuelles normes européennes relatives aux matériaux et à leur caractérisation, et celles en préparation, serviront de référence dans le choix des paramètres d'essais. Il s'agit notamment des normes et pré-normes :

méthodes d'essais pour éléments en pierre naturelle (masse volumique, porosité, absorption d'eau)		{pr EN 772/4 et 11
méthodes d'essais sur mortiers de maçonnerie		{pr EN 1925 et 1936
méthodes d'essais sur silico-calcaire (porosité, humidité, masse volumique)	}	pr EN 1015/2, 10, 18 et 19
méthodes d'essais sur briques (absorption, densité)	}	pr EN 772/9, 10 et 13
méthodes d'essais des ciments		pr EN 772/7, 11 et 13 EN 196-1

PAYS	LABO	HYDROFUGE DEFINITION	Remarques
I	CNR - Norme	Hydrof. (sil., fluorés)	+ examen infl. cond. thermohygro. sur traitement
GB	BBA - BRE	Hydrof. (silicones, siliconates, St. Al., ...)	- les supports sont exempts de fissures ≥ 0,15 mm - la méthode de prélev. est définie (cartage) - + essais sur murs entiers (BRE - Schottish)
N	NBI	-	- procédure inspirée des enduits d'étanchéité - lampe UV (OSRAM-Vitalux GUR 53 - 300 W)
PB	TNO	-	procédure standard + éventuels essais complémentaires (gel, sel, ...)
DK	SBI	-	-
I	ICITE	-	-
D	BAM	Traitement surface	procédure ZTV - SIB 1990/TL-TPOS
B	CSTC-IRPA	OS-A Hydrofuges Hydrofuges	idem
P	NEC	Hydrofuges	- application éventuelle complémentaire sur murs (voir G.B.) - absorption à la pipe après 60 min - absorption à la boîte jusqu'à 30 min

PAYS	LABO	HYDROFUGE DEFINITION	Effets secondaires		VIEILLISSEMENT		Critères de performances
			Type	Référence	Type	Référence	
I	CNR - Norme	Hydrof. (sil., fluorés)	- couleur - courbe d'éva- poration - perméabilité vapeur d'eau	normal 43/93 normal 29/88 normal 21/85	-	-	-
GB	BBA - BRE	Hydrof. (silicones, siliconates, St. Al., ...)	- courbe d'éva- poration	BS 6477	36 mois en extérieur	-	- effet perlant : 10 min. goutte - absorption traitée < 10 % ± 0,1 - évaporation > 10 % ± 0,1
N	NBI	-	perm. vapeur d'eau	EN 1015-18	accélééré (UV : 75±5°C) corps noir + gel : -20±5 + spray 15±2 l/m²/h	NBI 83	-
PB	TNO	-	- perm. vapeur d'eau - aspect visuel - test cristal. aspect	-	résistance aux alcalis et acides	-	-
DK	SBI	-	-	-	-	-	-
I	ICITE	-	-	-	-	-	-
D	BAM	Traitement surface OS-A Hydrofuges Hydrofuges	-	-	tenue aux alcalis (0,1 N) 50 cycles gel/sel U.V. xénon	- DIN 1048/4 (visuel + perte masse) SAE J 1960	pas pour hydrofuges idem -efficacité initiale ≥ 90 % -efficacité après vieill. ≥ 50 % - influence sur la perm. vapeur ≤ 20 %
B	CSTC-IRPA	-	- aspect visuel - perm. vapeur eau	- RILEM	-	-	-
P	NEC	Hydrofuges	- courbe évap. - perm. vapeur d'eau	BSI 6477 DIN 52615	24 mois extérieur	BSI 6477	- water repell. min. 90° - abs. 3 gouttes > 10 min - capillarité < 10 % du non traité - évaporation > 10 % du non traité

PAYS	LABO	HYDROFUGE DEFINITION	Application		Conditionnement		Mesures d'efficacité	
			Type	Durée	Type	Durée	Type	Référence
I	CNR - Notme	Hydrof. (sil., fluorés)	contact de surface (papiers filtres)	VARIABLE ! 1 à 48 h ?!	labo	30 jours	- abs. par capillarité - courbe capillaire - abs. sous basse pression (21 cm col. eau) - (angle de contact) - (immersion totale)	normal 11/85 " normal 44/93 normal 33/89 normal F/1
GB	BBA - BRE	Hydrof. (silicones, siliconates, St. Al., ...)	contact de surface (10 min)	10 à 20 s (avec un min. absorbé)	23 ± 5° C et 65 ± 5 % HR	72 ± 8 h	- water repellency (goutte 10 min) - absorption d'eau (0 à 3 min)	BS 6477
N	NBI	-	données fabricant	-	curing + labo !	28 jours + ...	- water thightness (pulse 0 → 75 mm W.P + spraying) - capillary section	NBI - 29 EN 1015-1B
PB	TNO	-	contact de surface	2 couches : - 5 s - 10 min labo - 5 s	ambiance close au-dessus de l'eau	7 jours	- effet perlant - résistance pressions d'eau - prof. de pénétration	- -
DK	SBI	-	0,5 à 1 l/m²	-	-	7 jours	idem	-
I	ICITE	-	-	-	-	-	-	-
D	BAM	Traitement surface	immersion totale	1 min	conditions "normales" 23/50-2	14 jours	- absorp. par immersion 6 h → 28 jours - prof. de pénétration - perte de poids après gel + sels - résistance aux alcalis	-
B	CSTC-IRPA	OS-A Hydrofuges	immersion totale	1 min	idem	14 jours	-	-
		Hydrofuges	contact de surface	5 s	labo 20 ± 2° C 50 ± 10 % HR	7 jours	- absorption sous basse pression (104 mm col. d'eau)	RILEM 25 PEM
P	NEC	Hydrofuges	contact surface (10 min) à 5° C	20 s 15 s 20 s	labo 23 ± 5° C 65 ± 5 % HR	-	- water repellency (goutte) - angle de contact - absorp. sous basse pression (boîte pipe) - absorption capillarité - absorption micro-goutte	BSI 6477 RILEM BSI 6477

PAYS	LABO	HYDROFUGE DEFINITION	SUPPORTS					Conditionnement
			Nature	Type	Identification	Nombre	Dimension (mm)	
I	CNR - Norme	Hydrophobe (sil., fluorés)	Marbre Grés Calcaire	Macedonia Firenzuola Lecce stone	Poros. totale Taux saturation	5	50 x 50 x 20	24 h à 25° C/50 % HR
GB	BRE	Hydrophobe (silicones, siliconates, St. Al., ...)	Brique calcaire mortier Si/Ca *	Ibstock red Monk Park BS.12 et 410 Ryarsh (BS187)	/ / / /	17 → 10 17 → 10 17 → 10 17 → 10	Face d'essai 215 x 65 100 x 100 x 25 100 x 100 x 25 test face 215 x 65	Séch. = 50 ± 2,5° C 24 h à 5 ± 2° C
N	NBI	-	Béton Bét. cellulaire Briques	tous types		1	1000 x 500 x 100	curing 28 days + équilibre labo 20 ± 2, 35-50 % RH
PB	TNO	-	Briques Si/Ca * Blocs béton	5 types 2 types 2 types	-	10 NT + 10 T 4 NT + 4 T 4 NT + 4 T	1/2 élément	Séchage 105° C ou labo 10 s. capillarité 24 h labo (20°, 50 %)
DK	SBI	-	Murets	3 types		3	5 x 8 éléments	3 semaines labo
I	ICITE	-	-	-	-	-	-	-
D	BAM	Traitement surface	Mortier	EN-196 T	-	15 (5 NT + 10 T)	φ 100 x 20	48 jours "normal" 23/50-2 2 min. immersion 12 h emballage 2 h cond. normale
B	CSTC-IRPA	OS-A Hydrofuges Hydrophobe	Béton Calcaires Terre cuite	DIN 1045 Euville Massangis Savonnières Briques	Rc Courbe poro. Porosité totale M.V.	6 (3 NT + 3 T) 2	100 x 100 x 100 50 x 150 x 20 φ 80 x 10	28 j labo 2 h immersion + 48 h labo (20° C ± 2, 50 ± 10 % HR)
P	NEC	Hydrophobe	Siliceux Calcaires Mortier	(brique) pierre nat. de Ançà jeune		12 12 12	90 x 60 x 35 100 x 100 x 50 100 x 100 x 50	Séchage puis 24 h à 5 ± 2° C

(*) Si/ca : brique silico-calcaire

SSTC - TRAITEMENTS HYDROFUGES

CSTC

ETUDE RELATIVE AUX SUPPORTS BRIQUES ET PIERRES BLANCHES

Sommaire

- 1. Supports retenus dans le cadre des avis techniques du CSTC
 - 1.1. Briques de terre cuite
 - 1.2. Pierres naturelles
- 2. Sélection des supports à retenir dans la proposition de norme
- 3. Caractérisation des briques et des pierres naturelles

1. Supports retenus dans le cadre des avis techniques du CSTC

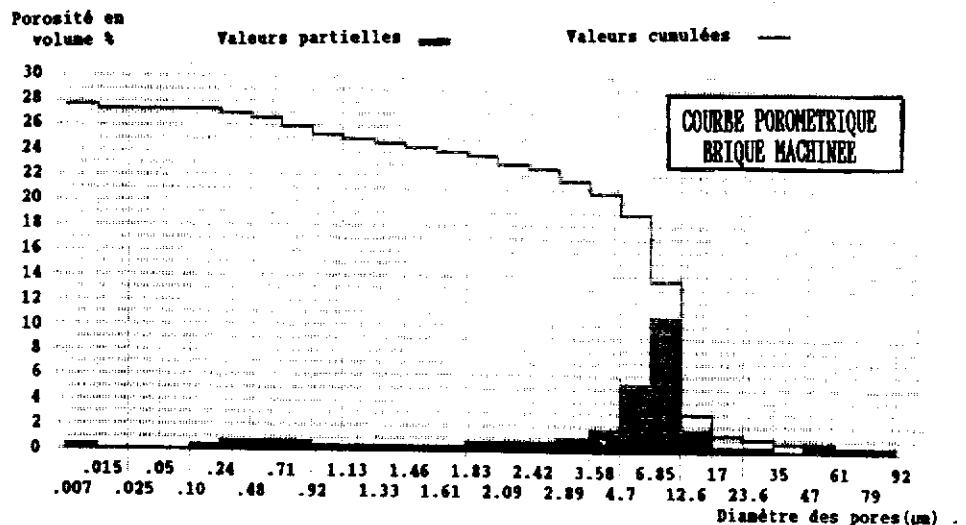
Depuis plus d'une vingtaine d'années, les laboratoires du CSTC réalisent des essais comparatifs concernant les performances des produits d'hydrofugation des façades. Dans cette optique, près de 200 produits ont été testés de manière similaire (supports, application et essais semblables) afin de pouvoir interpréter comparativement les résultats obtenus et publier des rapports techniques comparables et directement utilisables par les praticiens

Lors de la sélection initiale des supports, il a été tenu compte du fait que les briques de terre cuite et les pierres naturelles sont les matériaux les plus représentatifs des façades dans notre pays. Il est donc évident que c'est parmi ces matériaux qu'ont été sélectionnés les supports retenus pour les tests hydrofuges précités.

1.1. Briques de terre cuite

Compte tenu de l'infinie diversité de briques commercialisées, le choix s'est porté dès le début des études sur une qualité très poreuse susceptible de mettre en évidence de manière optimale les traitements hydrofuges. Les caractéristiques de cette brique sont reprises ci-après:

- masse volumique:
1680 kg/m³
- porosité tot. au mercure:
27,75 % en vol.
- répartition des pores:
voir courbe ci-contre



Les échantillons de brique pour les essais, sous forme de plaquettes de 20X50X150 mm³ (voir chap. 5 de la proposition de document prénormatif), sont découpés dans les briques parallèlement à la panerasse, en considérant la face brute de sciage pour l'application des produits. Cette manière d'opérer permet d'obtenir un maximum d'homogénéité des surfaces de traitement, mais s'éloigne

des conditions pratiques où les surfaces traitées correspondent aux parties "contre moule", càd plus compactes des briques.

1.2. Pierres naturelles

Dans les bâtiments du patrimoine classé pour lesquels la construction et/ou les restaurations ont été menés avant le début de ce siècle, on retrouve une série de pierres locales, parmi lesquelles: la Balegem, la pierre de Gobertange, le Lédien, ... Si l'on désire retenir l'une ou l'autre de ces pierres comme support d'essais, se pose d'emblée les problèmes de disponibilité de nouvelles pierres ou de réutilisation de pierres anciennes et altérées, qui s'ajoutent à l'hétérogénéité inévitable des pierres naturelles. Compte tenu de ces difficultés et pour des essais courants, ce type de pierre n'a pas été retenu à l'heure actuelle.

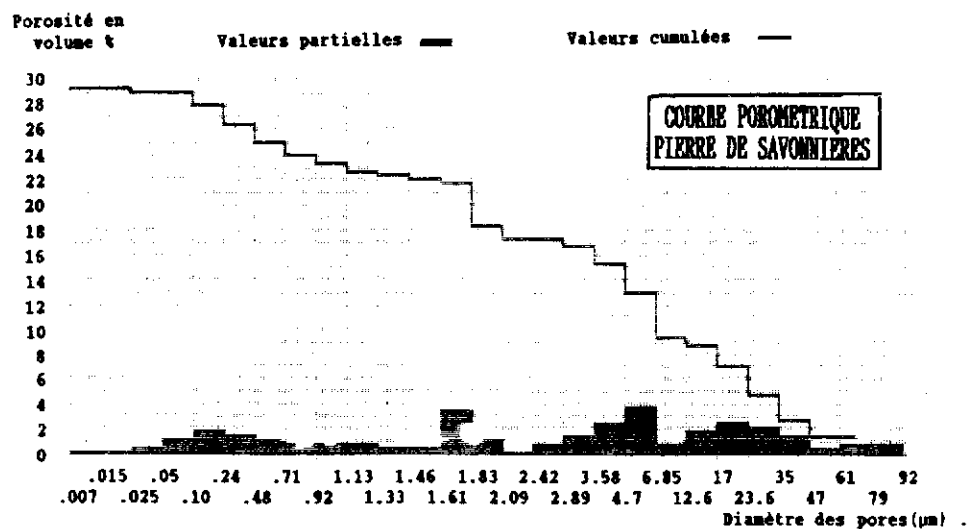
Pour des restaurations plus récentes et/ou pour le patrimoine courant en Belgique, les pierres poreuses le plus souvent rencontrées en façades sont les pierres blanches calcaires, également appelées "Pierres de France". Pour ces matériaux, il n'existe pas de problèmes d'approvisionnement et la très grande diversité de qualités différentes disponibles permet d'opérer aisément une sélection en fonction de critères prédéfinis. Comme, pour les traitements hydrofuges, il semble que la porosité totale et les dimensions des pores jouent un rôle prépondérant sur les performances, ce sont ces deux critères qui, ajoutés au fait d'un usage courant dans notre pays, ont été pris en compte dans le choix:

- d'une pierre de porosité très élevée (près de 30%) de type Savonnières
- d'une pierre de porosité moyenne ($\approx 10\%$) à structure ouverte, type Euville
- d'une pierre de porosité moyenne ($\approx 10\%$) et de porosité étalée, type Massangis

Les caractéristiques de ces 3 pierres sont reprises ci-après.

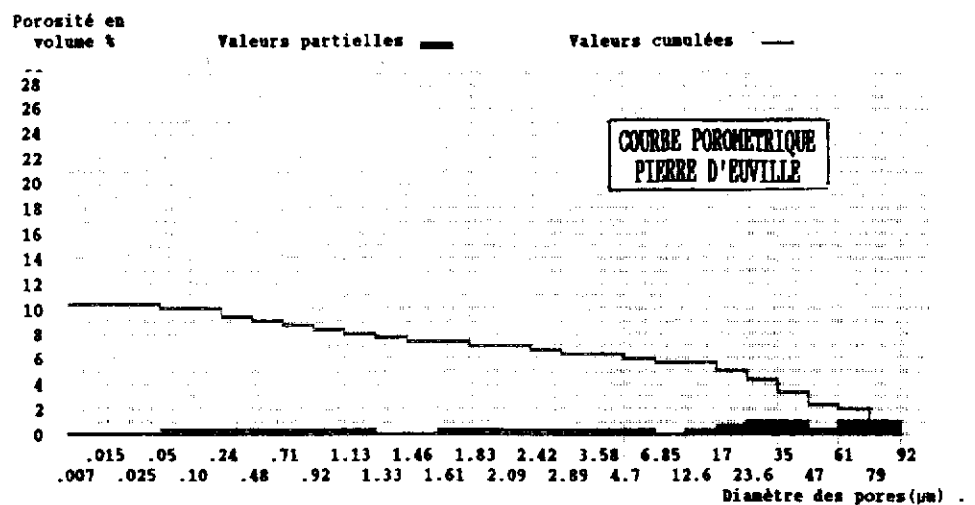
Pierre de Savonnières

- masse volumique:
1850 kg/m³
- porosité totale:
29,34%
- répartition des pores
voir graph. ci-contre



Pierre d'Euville

- masse volumique:
2250 kg/m³
- porosité totale:
10,29%
- répartition des pores
voir graph. ci-contre



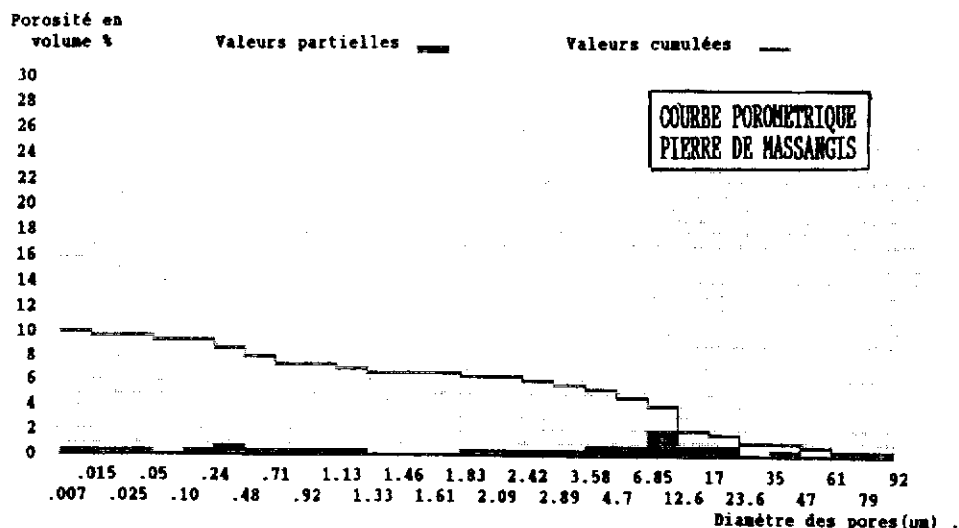
Pierre de Massangis

-masse volumique:

2240 kg/m³

-porosité totale:

10,01%

-répartition des pores
voir graph. ci-contre

Les échantillons d'essais sont de dimensions semblables à ceux des briques (20X50X150 mm³). Ils ont été découpés aux outils diamantés en pleine pierre sans tenir compte d'éventuels lits de carrière, compte tenu que ces 3 pierres ne présentent pas de stratifications décelables.

2. Sélection des supports à retenir dans la proposition de norme

L'objectif de la norme étant de préparer un document national aussi complet que possible et extensible au niveau européen, il a été décidé en comité d'accompagnement de la recherche, pour les briques et pierres naturelles:

- de retenir deux types de **briques**, l'une lisse d'extrusion, l'autre rugueuse, et de ne considérer comme surface de traitement que les faces apparentes (de porosité différente de la masse)! Le choix de ces 2 briques représentatives de celles utilisées le plus couramment en pratique, est basé sur la très large expérience du laboratoire Matériau du CSTC en tenant compte de la possibilité de pouvoir prélever dans ces briques standards des éprouvettes de dimensions adaptées aux essais (plaquettes et cubes). Il s'agit de briques:
 - Vandersanden - Avondrood : 48X88X188 mm³ (rugueuse)
 - Ghlin - brique pour maçonnerie ordinaire 190X90X50 mm³ (rouge lisse)

Les caractéristiques de ces briques se retrouvent au paragraphe 3.

- de réduire le nombre de **pierres calcaires**, de 3 initialement examinées dans les études du CSTC (Savonnières, Euville et Massangis) à 2 dans la proposition de norme. Le choix s'est réalisé après examen d'une soixantaine de traitements réalisés récemment et en particulier de l'efficacité de ces traitements après cycles de vieillissement accéléré. Le tableau des résultats après vieillissement (en néerlandais*) est repris en page suivante. Sur base de ces résultats, la pierre d'Euville a été écartée en fonction de résultats relativement semblables par rapport à la Massangis plus couramment rencontrée en pratique. Comme pour la terre cuite la caractérisation détaillée des pierres se retrouve au chapitre 3.

NR.:	TYPE	AANGEBRACHT IN	CONC.	DRAGERMATERIAAL		
				EUVILLE	MASSANGIS	SAVONN .
1	siliconaat	water	12.3	100	100	99
2	monomere siloxanen	organisch oplosmiddel	2.6	0	16	25
3	monomere siloxanen	ethanol	40	69	88	46
4	monomere siloxanen	ethanol	20	28	52	75
5	monomere siloxanen	water	3.3	23	0	94
6	monomere siloxanen	water	21.9	64	91	97
7	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	3.2	8	32	47
8	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	4.1	45	32	25
9	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	5	92	21	81
10	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	5	80	50	18
11	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	5	0	0	42
12	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	6.7	99	75	68
13	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	6.8	99	96	100
14	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	7	99	0	74
15	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	7	25	51	14
16	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	7.1	12	65	100
17	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	7.7	54	91	99
18	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	9	25	66	78
19	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	9.2	76	0	97
20	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	9.3	95	70	99
21	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	10.5	100	82	98
22	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	17.3	100	83	99
23	oligomere siloxanen	isopropanol	7.9	66	85	55
24	oligomere siloxanen	water	2.8	95	95	100
25	oligomere siloxanen	water	3	87	0	51
26	oligomere siloxanen	water	3.5	1	26	36
27	oligomere siloxanen	water	8	28	78	100
28	oligomere siloxanen	water	10	73	0	75
29	polymere siliconen	organisch oplosmiddel	5	82	80	74
30	polymere siliconen	organisch oplosmiddel	5	28	0	38
31	acrylhars	trichloorethyleen	0.45	56	24	25
32	acrylhars	water	56	67	98	100
33	polyester			58	89	99
34	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	5.01	89	95	99
35	silanen - oligomere siloxanen	water (verd. 1:7)	3.8	80	89	96
36	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	8.9	97	87	91
37	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	9.14	97	96	99
38	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	11.7	68	95	98
39	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	9.5	90	93	96
40	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	8.5	100	98	99
41	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	7.7	97	75	98
42	polyurethanen	polyol	41.2	84	81	82
43	silanen - oligomere siloxanen	water	2.24	0	18	97
44	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	9.5	89	92	96
45	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	8.2	96	97	100
46	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	4.7	99	78	96
47	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	8.0	96	100	95
48	oligomere siloxanen	water	3.3	91	56	67
49	Poly(styreen-methyleen)	gesubst. benzeen	27.6	30	98	94
50	silanen - oligomere siloxanen	water	7.4	87	86	97
51	silanen - oligomere siloxanen	water (verd. 1:4)	3.2	47	94	71
52	silanen - oligomere siloxanen	water (verd. 1:6)	2.4	41	88	94
53	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	8.8	96	95	92
54	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	5.8	98	93	96
55	silanen	water (verd. 1:9)	6.3	93	44	94
56	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	6.4	95	93	99
57	silanen - oligomere siloxanen	water (verd. 1:13)	1.9	33	28	12
58	oligomere siloxanen	organisch oplosmiddel	6.3	100	96	100
Gemiddelde doeltreffendheid na versnelde verouderingsproeven:				68	66	78

3. Caractérisation des briques et des pierres naturelles retenues

Les valeurs reprises aux tableaux ci-après concernent les matériaux sélectionnés sur base des données définies au chapitre précédent. Elles visent principalement l'identification des matériaux et à leurs caractéristiques de porosité et d'absorption en eau.

3.1. Masses volumiques, porosités accessibles à l'eau, taux de saturation

Les tableaux 3.1.1 à 3.1.4 renseignent les résultats sur 6 échantillons de chacun des matériaux retenus, ainsi que les valeurs moyennes correspondantes

Tableau 3.1.1

Eprouvette Brique lisse	Masse sèche (g)	Masse humide (g)	Masse sous eau (g)	Volume apparent (cm ³)	Masse volumique (g/cm ³)	Porosité accessible à l'eau		Masse après immersion (g)	Taux de saturation (%)
						(vol. %)	(masse %)		
L'1	130.83	147.71	81.70	66.01	1.98	25.57	12.90	143.98	77.90
L'2	131.08	148.90	82.00	66.90	1.96	26.64	13.59	145.38	80.25
L'3	131.49	148.98	82.29	66.69	1.97	26.23	13.30	145.63	80.85
L'4	131.94	148.42	82.34	66.08	2.00	24.94	12.49	144.76	77.79
L'5	128.39	145.81	80.33	65.48	1.96	26.60	13.57	142.16	79.05
L'6	131.00	148.16	81.88	66.28	1.98	25.89	13.10	144.37	77.91
Moyenne					1.97	25.98	13.16		78.96
Min					1.96	24.94	12.49		77.79
Max					2.00	26.64	13.59		80.85
Ecart type					0.01	0.65	0.42		1.33

Tableau 3.1.2

Eprouvette Brique rugueuse	Masse sèche (g)	Masse humide (g)	Masse sous eau (g)	Volume apparent (cm ³)	Masse volumique (g/cm ³)	Porosité accessible à l'eau		Masse après immersion (g)	Taux de saturation (%)
						(vol. %)	(masse %)		
R'1	110.57	133.92	68.57	65.35	1.69	35.73	21.12	127.55	72.72
R'2	111.11	134.56	68.91	65.65	1.69	35.72	21.11	128.22	72.96
R'3	113.35	135.25	70.00	65.25	1.74	33.56	19.32	129.10	71.92
R'4	109.46	131.47	67.57	63.90	1.71	34.44	20.11	125.18	71.42
R'5	110.40	133.67	68.47	65.20	1.69	35.69	21.08	127.43	73.18
R'6	109.85	132.16	67.80	64.36	1.71	34.66	20.31	125.93	72.08
Moyenne					1.71	34.97	20.51		72.38
Min					1.69	33.56	19.32		71.42
Max					1.74	35.73	21.12		73.18
Ecart type					0.02	0.90	0.73		0.68

Tableau 3.1.3

Eprouvette Massangis	Masse sèche (g)	Masse humide (g)	Masse sous eau (g)	Volume apparent (cm ³)	Masse volumique (g/cm ³)	Porosité accessible à l'eau		Masse après immersion (g)	Taux de saturation (%)
						(vol. %)	(masse %)		
M'1	144.72	157.51	91.33	66.18	2.19	19.33	8.84	151.31	51.52
M'2	141.28	154.75	89.13	65.62	2.15	20.53	9.53	148.24	51.67
M'3	144.13	157.06	90.93	66.13	2.18	19.55	8.97	150.90	52.36
M'4	146.84	158.94	92.55	66.39	2.21	18.23	8.24	153.25	52.98
M'5	144.13	158.47	90.94	67.53	2.13	21.24	9.95	151.96	54.60
M'6	137.81	151.38	86.98	64.40	2.14	21.07	9.85	145.05	53.35
Moyenne					2.17	19.99	9.23		52.75
Min					2.13	18.23	8.24		51.52
Max					2.21	21.24	9.95		54.60
Ecart type					0.03	1.16	0.66		1.15

Tableau 3.1.4

Eprouvette Savonnieres	Masse sèche (g)	Masse humide (g)	Masse sous eau (g)	Volume apparent (cm ³)	Masse volumique (g/cm ³)	Porosité accessible à l'eau		Masse après immersion (g)	Taux de saturation (%)
						(vol. %)	(masse %)		
S'1	112.23	138.97	70.81	68.16	1.65	39.23	23.83	121.64	35.19
S'2	114.74	140.31	72.45	67.86	1.69	37.68	22.29	123.70	35.04
S'3	113.43	138.39	71.60	66.79	1.70	37.37	22.00	121.73	33.25
S'4	111.47	137.44	70.34	67.10	1.66	38.70	23.30	121.09	37.04
S'5	113.03	138.56	71.33	67.23	1.68	37.97	22.59	123.23	39.95
S'6	112.29	140.32	70.87	69.45	1.62	40.36	24.96	122.01	34.68
Moyenne					1.67	38.55	23.16		35.86
Min					1.62	37.37	22.00		33.25
Max					1.70	40.36	24.96		39.95
Ecart type					0.03	1.12	1.11		2.34

3.2. Porosités au mercure

Les résultats de porosité se retrouvent aux pages 7 et 8 pour les briques lisses et rugueuses et aux pages 9 et 10 pour les pierres calcaires de Massangis et de Savonnières.

3.3. Absorption d'eau superficielle

Les mesures d'absorption d'eau ont été réalisées à la pipe en verre de Karsten. Les résultats d'absorption après 5 et 15 minutes et les écarts entre ces 2 mesures sont renseignés aux tableaux 3.3.1 à 3.3.4.

Tableau 3.3.1

Eprouvette: Brique lisse		Absorption d'eau (ml)		
		5 min	15 min	Δ
L1	A	0.61	1.92	1.31
	B	0.35	1.25	0.90
L2	A	2.12	> 4	
	B	2.00	> 4	
L3	A	1.10	3.90	2.80
	B	1.52	> 4	
L4	A	0.35	0.95	0.60
	B	0.30	1.10	0.80
L5	A	1.50	3.68	2.18
	B	0.25	1.28	1.03
L6	A	1.33	3.61	2.28
	B	0.90	2.93	2.03
Moyenne				1.55
Min				0.60
Max				2.80
Ecart type				0.79

Tableau 3.3.2

Eprouvette: Brique rugueuse		Absorption d'eau (ml)		
		5 min	15 min	Δ
R1	A	1 min		40
	B	1.08 min		35
R2	A	45 s		53
	B	43 s		56
R3	A	41 s		58
	B	52 s		46
R4	A	25 s		96
	B	22 s		109
R5	A	28 s		86
	B	42 s		57
R6	A	55 s		44
	B	1.15 min		32
Moyenne				59
Min				32
Max				109
Ecart type				25

Tableau 3.3.3

Eprouvette: Massangis		Absorption d'eau (ml)		
		5 min	15 min	Δ
M1	A	0.50	0.86	0.36
	B	0.23	0.36	0.13
M2	A	0.30	0.56	0.26
	B	0.70	1.30	0.60
M3	A	1.50	2.72	1.22
	B	1.70	3.10	1.40
M4	A	0.30	0.50	0.20
	B	0.43	0.78	0.35
M5	A	0.84	1.59	0.75
	B	0.32	0.61	0.29
M6	A	0.51	0.88	0.37
	B	0.33	0.56	0.23
Moyenne				0.51
Min				0.13
Max				1.40
Ecart type				0.41

Tableau 3.3.4

Eprouvette: Savonnières		Absorption d'eau (ml)		
		5 min	15 min	Δ
S1	A	0.95	1.83	0.88
	B	0.52	1.00	0.48
S2	A	1.05	2.05	1.00
	B	0.80	1.28	0.48
S3	A	0.77	1.40	0.63
	B	0.53	0.97	0.44
S4	A	0.53	0.95	0.42
	B	1.14	2.03	0.89
S5	A	2.60	4.10	1.50
	B	0.60	1.03	0.43
S6	A	0.44	0.75	0.31
	B	1.38	2.50	1.12
Moyenne				0.72
Min				0.31
Max				1.50
Ecart type				0.36

3.4. Cinétique de séchage des éprouvettes

Il s'agit de la propriété des éprouvettes, préalablement imprégnées d'eau, à évacuer par simple évaporation l'eau liquide aux conditions hygrothermiques de 20°C et 50% HR. Les valeurs obtenues permettent de déterminer le temps de conditionnement nécessaire afin d'obtenir par exemple une humidité bien définie avant application des produits d'hydrofugation.

Les résultats de séchage sont renseignés aux tableaux 3.4.1 à 3.4.3 en page 11 et résumés au graphique 3.4.5 en page 12.

Fig. 3.2.1.

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /21

OPERATOR:

SAMPLE ID: RE

SUBMITTER:

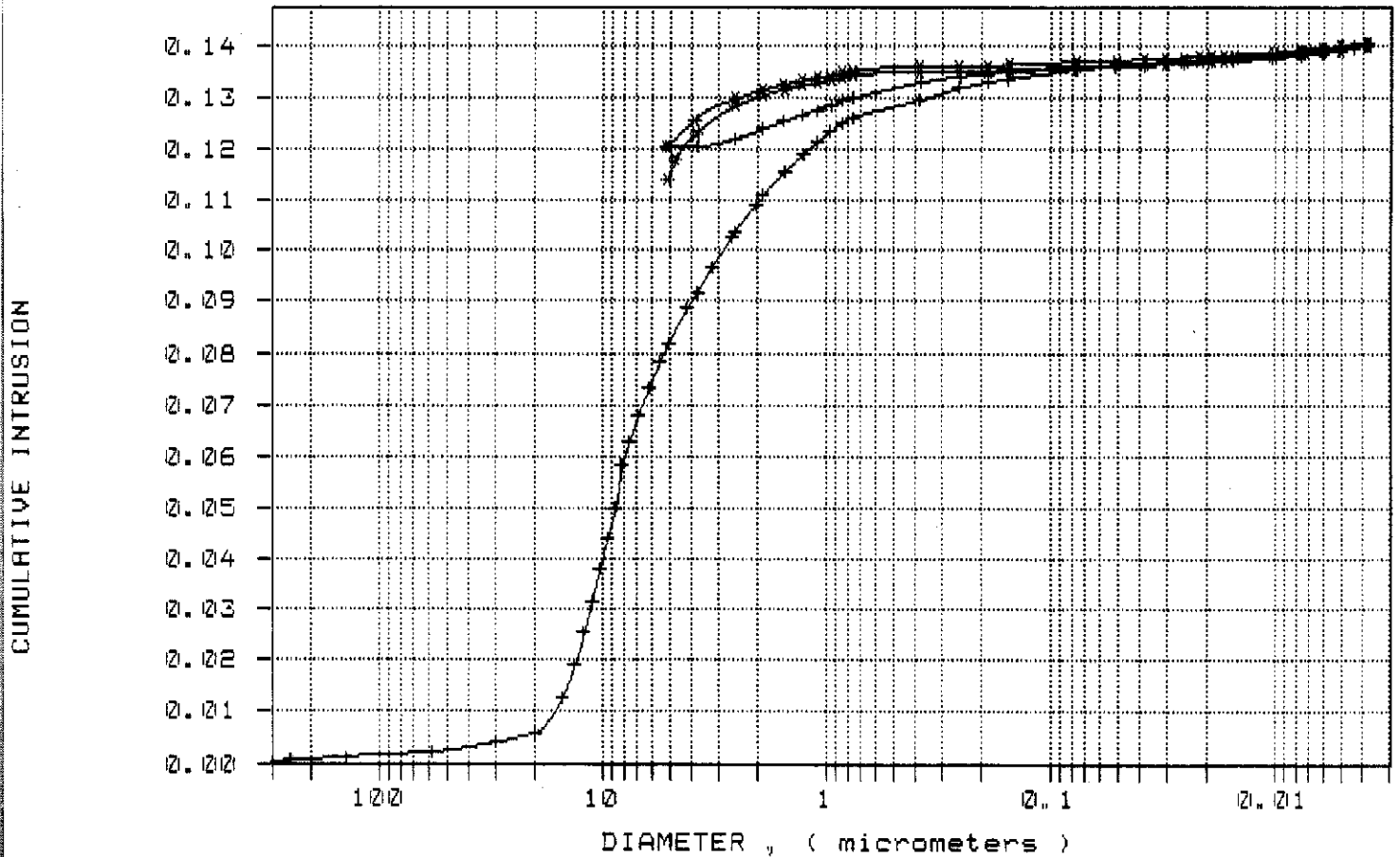
(lisse)

LP 08:37:45 05/13/97

HP 10:32:03 05/13/97

REP 10:32:04 05/13/97

CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
+ intrusion, * extrusion



INTRUSION DATA SUMMARY

TOTAL INTRUSION VOLUME =	0.1406 mL/g
TOTAL PORE AREA =	2.379 sq-m/g
MEDIAN PORE DIAMETER (VOLUME) =	6.6266 μm
MEDIAN PORE DIAMETER (AREA) =	0.0064 μm
AVERAGE PORE DIAMETER (4V/A) =	0.2364 μm
BULK DENSITY =	1.9916 g/mL
APPARENT (SKELETAL) DENSITY =	2.7659 g/mL
POROSITY =	27.99 %
STEM VOLUME USED =	49 %

Fig. 3.2.2.

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /22

OPERATOR:

SAMPLE ID: RE Vandersanden - Avondrood (rugueuse)

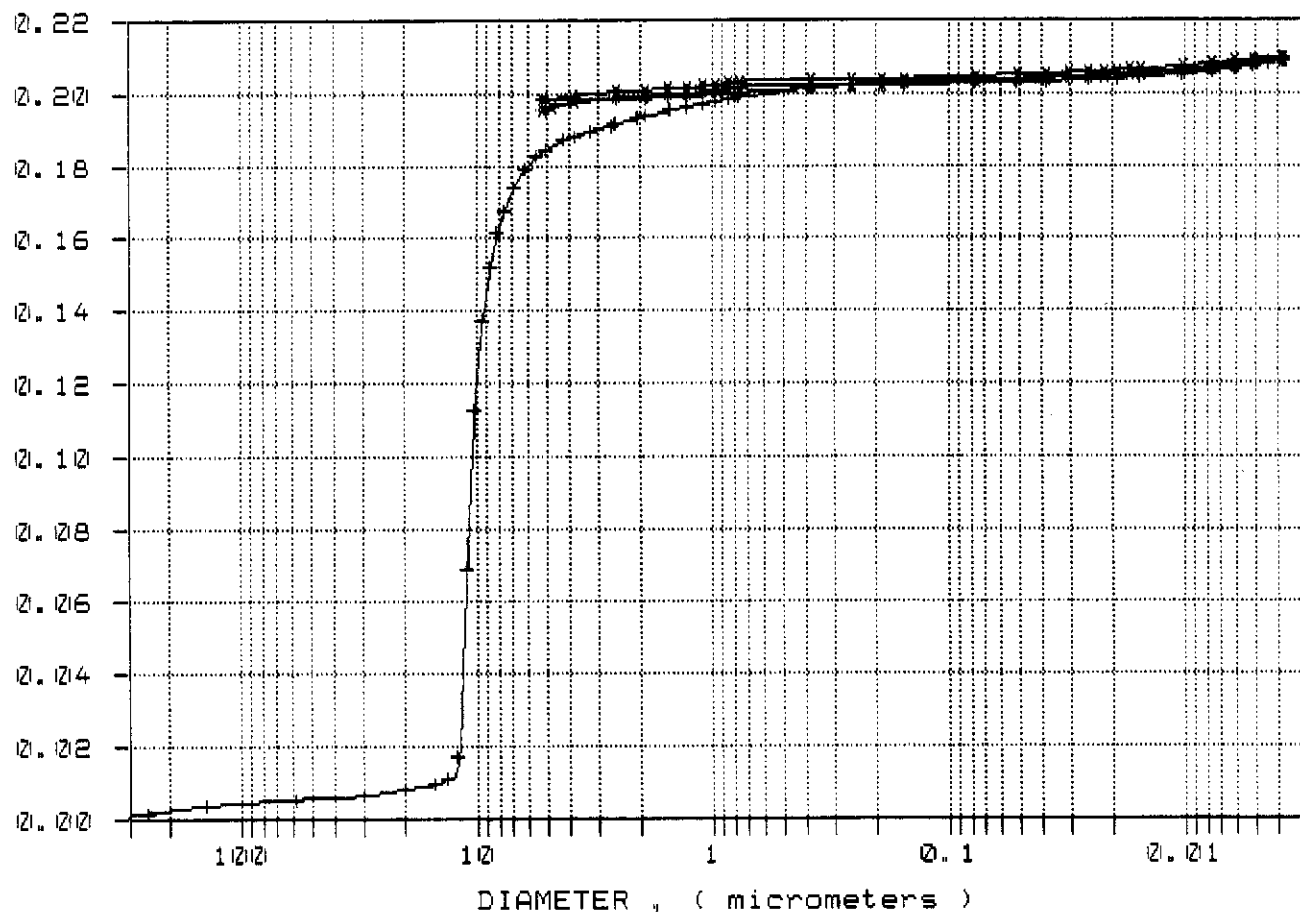
SUBMITTER:

LP 08:37:45 05/13/97

HP 10:32:03 05/13/97

REP 10:32:17 05/13/97

CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
+ intrusion, * extrusion



INTRUSION DATA SUMMARY

TOTAL INTRUSION VOLUME	=	0.2096 mL/g
TOTAL PORE AREA	=	3.143 sq-m/g
MEDIAN PORE DIAMETER (VOLUME)	=	10.4746 μm
MEDIAN PORE DIAMETER (AREA)	=	0.0058 μm
AVERAGE PORE DIAMETER (4V/A)	=	0.2668 μm
BULK DENSITY	=	1.7516 g/mL
APPARENT (SKELETAL) DENSITY	=	2.7680 g/mL
POROSITY	=	36.72 %
STEM VOLUME USED	=	57 %

Fig. 3.2.3.

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /371

OPERATOR:

SAMPLE ID: Massangis Roche Jaune

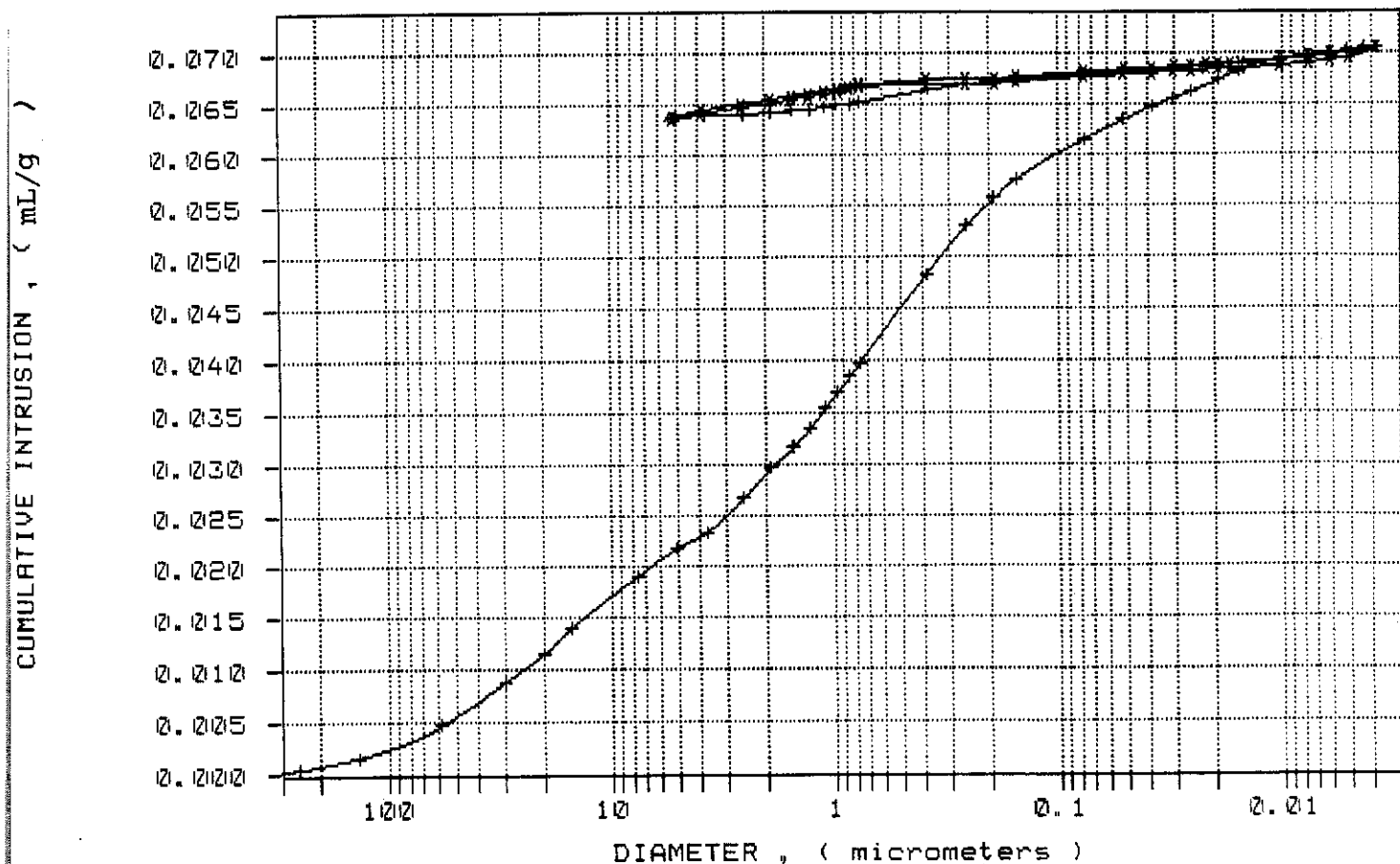
SUBMITTER:

LP 15:06:45 03/17/97

HP 12:29:29 03/18/97

REP 12:29:30 03/18/97

CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
+ intrusion, * extrusion



INTRUSION DATA SUMMARY

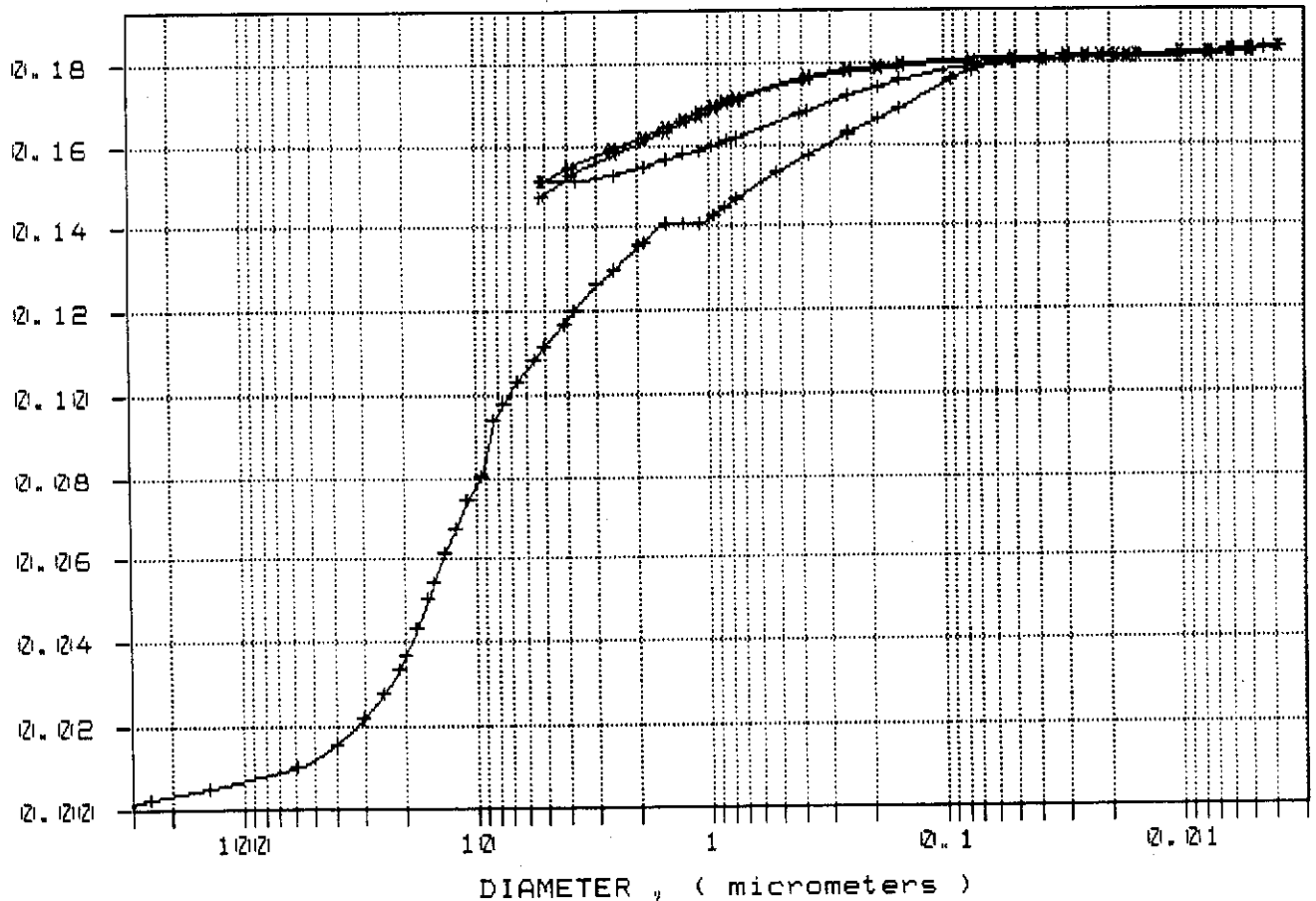
TOTAL INTRUSION VOLUME =	0.0707 mL/g
TOTAL PORE AREA =	2.414 sq-m/g
MEDIAN PORE DIAMETER (VOLUME) =	1.1130 μm
MEDIAN PORE DIAMETER (AREA) =	0.0160 μm
AVERAGE PORE DIAMETER (4V/A) =	0.1171 μm
BULK DENSITY =	2.3326 g/mL
APPARENT (SKELETAL) DENSITY =	2.7930 g/mL
POROSITY =	16.49 %
STEM VOLUME USED =	82 %

Fig. 3.2.4.

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /373
 OPERATOR:
 SAMPLE ID: Savonnières 1/2 fin
 SUBMITTER:

LP 09:23:24 03/19/97
 HP 11:16:00 03/19/97
 REP 11:16:00 03/19/97

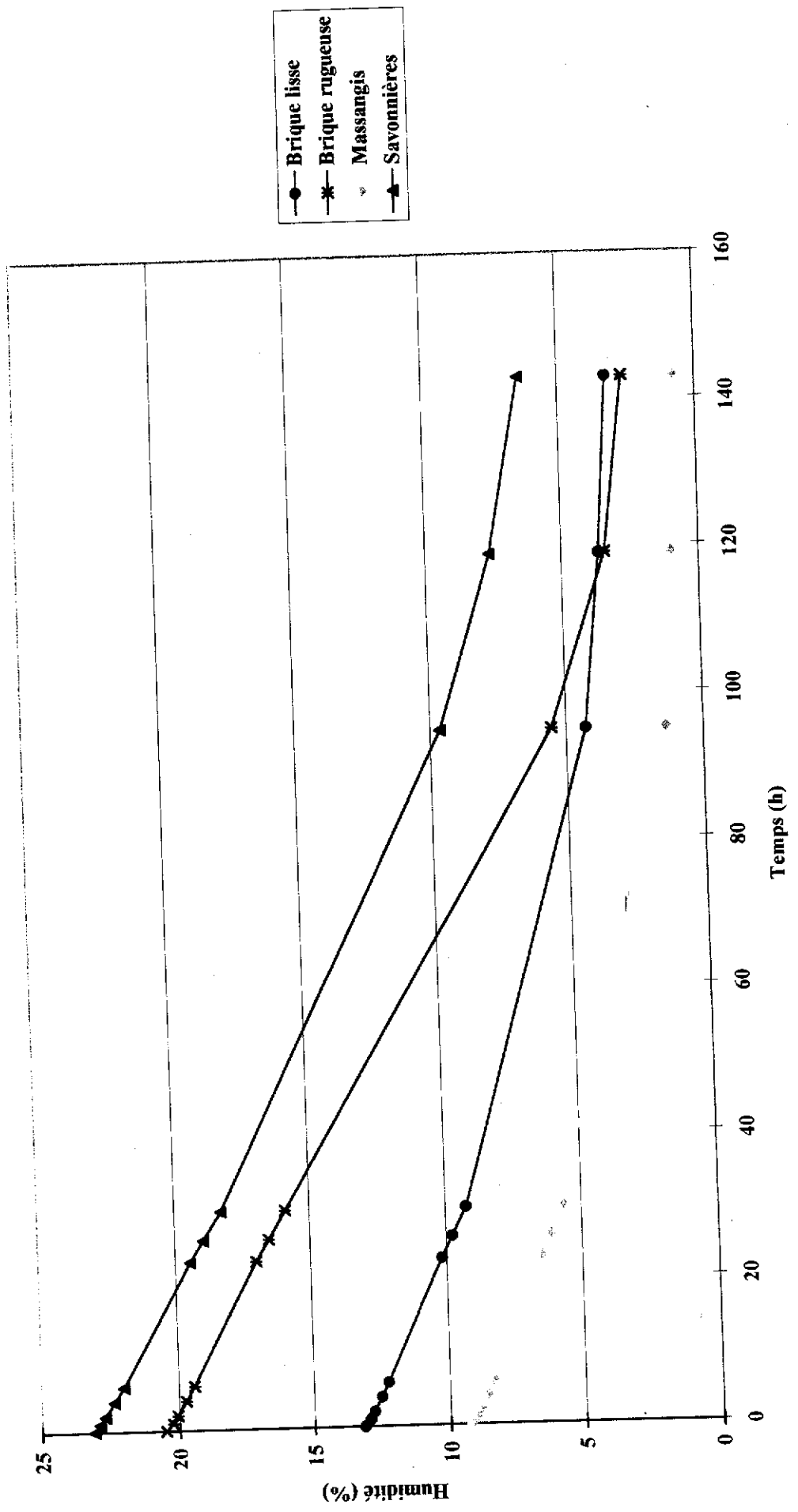
CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
 + intrusion, * extrusion



INTRUSION DATA SUMMARY

TOTAL INTRUSION VOLUME =	0.1841 mL/g
TOTAL PORE AREA =	2.450 sq-m/g
MEDIAN PORE DIAMETER (VOLUME) =	8.5786 μm
MEDIAN PORE DIAMETER (AREA) =	0.0103 μm
AVERAGE PORE DIAMETER (4V/A) =	0.3006 μm
BULK DENSITY =	1.8451 g/mL
APPARENT (SKELETAL) DENSITY =	2.7942 g/mL
POROSITY =	33.97 %
STEM VOLUME USED =	64 %

Graphique 3.4.5. - Cinétique de séchage des briques et pierres naturelles



SSTC - TRAITEMENTS HYDROFUGES

CSTC

ETUDE RELATIVE AUX SUPPORTS A LIANTS HYDRAULIQUES**Sommaire**

1. Introduction- motivation
2. Prescriptions internationales, prénormes ou normes européennes
3. Essais de fabrication et de caractérisation des supports hydrauliques
 - 3.1. Supports élaborés conformément à la norme EN 196-1
 - 3.2. Eprouvettes suivant la norme en réduisant le E/C
 - 3.3. Eprouvettes suivant la norme en augmentant le E/C
 - 3.4. Remarques générales concernant les mortiers normalisés
 - 3.5. Supports élaborés suivant la norme, à l'aide de sable M31
 - 3.6. Eprouvettes à l'aide de sable M31 en réduisant le E/C
 - 3.7. Remarque concernant les mortiers normalisés à base de sable M.31
4. Supports d'essais hydrauliques élaborés industriellement
 - 4.1. Matériau silico-calcaire "B"
 - 4.2. Matériau silico-calcaire "RCK"
- 5 Remarques générales concernant l'étude des supports d'essais de référence

1.Introduction - motivation

Bien que non considérés systématiquement à l'heure actuelle dans la procédure d'essais hydrofuge développée au CSTC, les supports d'essais à liants hydrauliques, tels: les bétons coulés en place ou décoratifs, les mortiers, les enduits, les matériaux silico-calcaires manufacturés, les blocs de béton,..., font couramment l'objet de traitements hydrophobes. A ce titre, l'un ou l'autre de ces supports se doit de figurer parmi les matériaux retenus dans une procédure standardisée plus complète.

De plus et par opposition aux matériaux naturels, ces matériaux ont également en commun le fait qu'ils peuvent être plus ou moins aisément fabriqués en laboratoire suivant des procédures précises et constituer de ce fait et sous certaines réserves, des supports de référence entre les différents laboratoires concernés par ces essais.

L'expérience montre en effet que le choix de matériaux disponibles commercialement (pierres, briques, ...) implique l'acceptabilité d'une variabilité non négligeable des caractéristiques du support, même si l'on s'entoure d'un maximum de précautions lors de la réception des matériaux (même lot de fabrication ou d'extraction, découpe d'échantillons dans une même pierre ou un même bloc,...). Dans certains cas cette hétérogénéité peut être acceptée en tenant compte de l'avantage d'utiliser des matériaux directement représentatifs de la réalité. Par contre, lorsqu'il s'agit d'essais visant à comparer des produits ou à rechercher l'influence de paramètres de traitements, on peut s'attendre à ce que l'hétérogénéité des matériaux masque en grande partie les écarts mesurés au niveau des performances et rende l'interprétation des résultats aléatoire.

Dans cette optique et compte tenu de la diversité des matériaux supports rencontrés en pratique et de leur variabilité de qualité, il est important de sélectionner et de définir avec précision dans toute procédure, un ou deux supports de référence fabriqués en laboratoire et possédant des caractéristiques aussi homogènes et reproductibles que possible.

2. Prescriptions internationales, prénormes ou normes européennes

De manière non limitative, les principaux documents examinés sont les normes et prénormes :

- prEN 1015/2; Methods of test for mortar for masonry- Bulk sampling and preparation
- prEN 1766; Produits pour la protection et la réparation des structures en béton- Méthodes d'essais et bétons de référence pour essais
- EN 196/1; Méthode d'essais des ciments. Détermination des résistances mécaniques

Les bétons, qu'ils soient de référence ou non, nécessitent pour leur fabrication l'usage de granulats de dimensions importantes qui sont peu compatibles avec la réalisation d'éprouvettes homogènes de dimensions restreintes. Ils sont donc relativement peu intéressants dans le cas qui nous occupe.

Dans le cadre de la fabrication et/ou de la caractérisation de supports à liants hydrauliques et compte tenu du fait que les essais hydrofuges ne concernent que des profondeurs minimales (quelques millimètres) et nécessitent des éprouvettes de dimensions restreintes (disponibilité de place dans les enceintes de vieillissement accéléré), nous nous sommes limité au mortiers ou au micro-bétons en se référant à la norme EN 196/1.

3 Essais de fabrication et de caractérisation des supports hydrauliques

3.1. Supports élaborés conformément à la norme EN 196-1

Compte tenu des remarques précitées, nous avons opté en première approche pour un support élaboré en laboratoire et conformément à la norme précitée, à partir de constituants parfaitement identifiés, contrôlables et dosables avec précision.

3.1.1. Confection des éprouvettes

Les constituants et les paramètres de mise en oeuvre des mélanges sont conformes à la norme européenne EN. 196-1 et en particulier aux chapitres :

- composition de type C350, càd: 350 kg de ciment par mètre cube de sable (§ 6.1)
- ciment Portland CEM I classe 42,5 (§ 5.1)
- sable de référence standardisé EN 196-1 (voir répartition granulométrique ci-après)

Répartition granulométrique du sable de référence CEN

Dimensions des mailles carrées (mm)	Refus cumulés sur les tamis (%)
2,00	0
1,60	7 ± 5
1,00	33 ± 5
0,50	67 ± 5
0,16	87 ± 5
0,08	99 ± 1

- ajoute d'eau pour obtenir un E/C=0,5 (§5.3)
- préparation du mortier suivant § 6
- préparation des éprouvettes suivant § 7
- manutention et démoulage (§ 8.1 et 8.2)

Après le démoulage, les éprouvettes sont découpées en deux dans le sens de la longueur et stockées en ambiance laboratoire (20°C, 50% HR) jusqu'à carbonatation complète, c'est-à-dire l'obtention d'un pH inférieur à 9 dans toute la masse du mortier (contrôle à la phénolphthaléine). A ce moment les éprouvettes ont fait l'objet d'une mesure d'absorption d'eau à la pipe en verre suivant la procédure RILEM 25 PEM; les résultats sont repris au tableau 3111, ci-après et correspondent aux mesures sur les faces latérales contre moule.

Tableau 3111

épreuve	abs. après 5 min.	abs. après 15 min.	abs. entre 5 et 15 min.
1	0,28	0,34	0,06
2	0,20	0,25	0,05
3	0,29	0,34	0,05
4	0,15	0,20	0,05
5	0,16	0,23	0,07
6	0,15	0,21	0,06

Il est à remarquer la relative constance des résultats d'absorption obtenus liée à l'homogénéité des mortiers fabriqués. Toutefois, les valeurs d'absorption d'eau initiales obtenues ($\Delta 5-15$ min. $\approx 0,06$ ml) sont à considérer comme faibles pour l'étude des traitements d'hydrofugation

3.1.2. Humidité des éprouvettes de mortier

L'humidité des supports, omniprésente lors de l'application de produits in situ, est susceptible de jouer un rôle important à différents niveaux lors de l'application de produits hydrofuges et notamment par un colmatage partiel des pores, une modification des énergies des interfaces, une accélération des phénomènes d'hydrolyse ('polymérisation') des résines,... Dans cette optique, deux teneurs en humidité différentes, ont été retenues, lors de l'application des solutions. Afin de mieux cerner la cinétique d'assèchement des éprouvettes support, de sélectionner les deux teneurs d'essais et de définir les modalités de conditionnement correspondantes, les éprouvettes préalablement sciées en 2 longitudinalement ont été saturées en eau par capillarité et exposées en chambre climatique (45% HR, 20°C) afin de suivre leur cinétique d'évaporation (voir tableau 3121 et graphique 3122 en page suivante).

Signalons que les évolutions de séchage des 6 éprouvettes sont pratiquement identiques, ce qui confirme la bonne constance au niveau des structures porométriques.

Sur base de ces données et compte tenu de l'expérience des essais en laboratoire, nous avons retenu des taux d'humidité à l'application de ≈ 3 et 6 %, obtenues respectivement après des périodes de séchage d'environ 400 et 32 heures en chambre climatique (45% HR, 20°C).

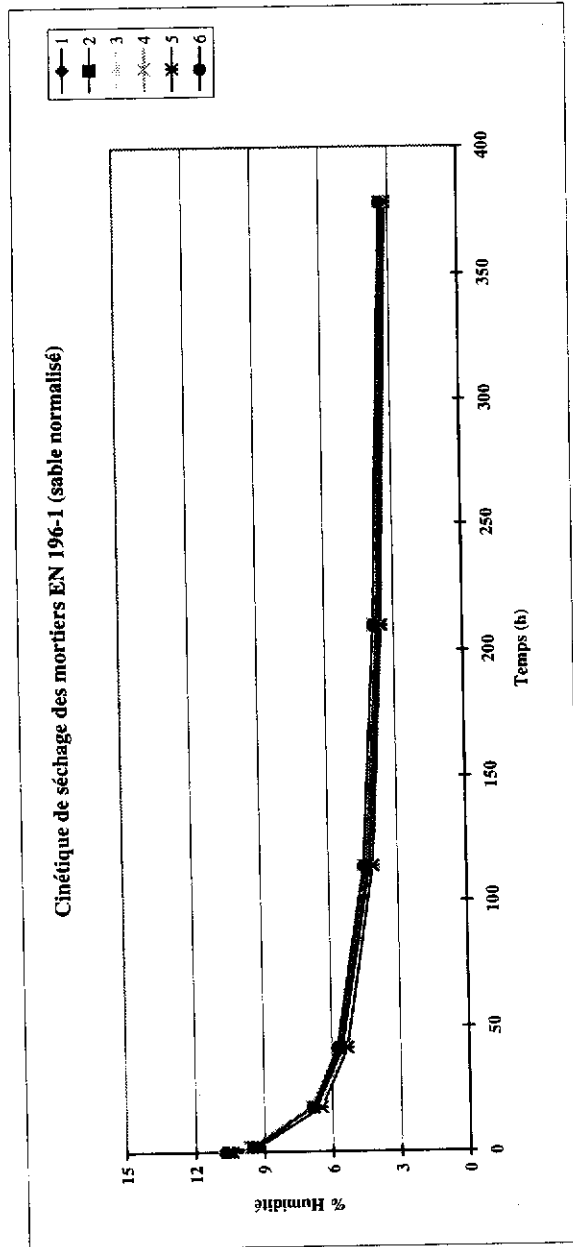
Tableau 3121

Evolution de l'assèchement des mortiers élaborés suivant EN 196-1 (sable normalisé)

Ambiance: 45% HR - 20°C.

Echantillon:	Masse humide:	% humid.:	Masse après 2 h séchage:	% humid.:	Masse après 18 h séchage:	% humid.:	Masse après 42 h séchage:	% humid.:	Masse après 114 h séchage:	% humid.:	Masse après 210 h séchage:	% humid.:	Masse après 378 h séchage:	% humid.:	Masse après séch. à 105°C
	1	262.75	10.80	259.75	9.54	253.01	6.70	250.22	5.52	247.14	4.22	245.75	3.64	244.75	3.21
2	276.65	10.55	274.17	9.55	267.21	6.77	264.32	5.62	261.12	4.34	259.67	3.76	258.54	3.31	250.26
3	237.75	10.80	235.42	9.72	228.70	6.59	226.05	5.35	223.28	4.06	222.11	3.51	221.27	3.12	214.57
4	299.32	10.70	296.57	9.68	289.11	6.92	286.02	5.78	282.57	4.50	280.92	3.89	279.60	3.40	270.40
5	242.90	10.41	240.39	9.27	234.16	6.44	231.66	5.30	228.97	4.08	227.79	3.54	226.91	3.14	220.00
6	297.01	10.68	293.79	9.48	286.66	6.83	283.73	5.74	280.34	4.47	278.78	3.89	277.45	3.39	268.34
Moyenne:		10.7		9.5		6.7		5.6		4.3		3.7		3.3	

Graphique 3122



3.1.3. Application des produits hydrofuges

Après confection, phase de carbonatation, imprégnation d'eau par immersion et période de séchage en chambre climatisée afin d'obtenir les pourcentages en eau souhaités (3 et 6%), les éprouvettes sont traitées à l'aide de différents produits représentatifs des formulations rencontrées en pratique:

- silane(méthyltriméthoxysilane) en solution alcoolique
- silicone polymère(méthyl-n-propyl-isobutyl) en solution aliphatique
- siloxane(oligomère méthyléthoxy)+ stéarates d'aluminium en solution aromatique
- siloxane(oligomère méthyléthoxy)+ stéarates d'aluminium en solution aliphatique

Les quantités appliquées par contact de surface durant 5 secondes sont renseignées au tableau 3131, ci-après, de même que les profondeurs de pénétration des produits dans les supports, mesurées par micro-goutte sur une tranche Brisée.

Tableau 3131

produits	% d'humidité support	quantité appliquée	pénétration mesurée
silane	3	31 g/m ²	< à 0,5 mm
silane	6	31 g/m ²	< à 0,5 mm
silicone	3	31 g/m ²	< à 0,5 mm
silicone	6	31 g/m ²	< à 0,5 mm
siloxane aromatique	3	16 g/m ²	< à 0,5 mm
siloxane aromatique	6	31 g/m ²	< à 0,5 mm
siloxane aliphatique	3	16 g/m ²	< à 0,5 mm
siloxane aliphatique	6	16 g/m ²	< à 0,5 mm

N.B. Des pénétrations de l'ordre de 0,5 mm sont à la limite du mesurable.

3.1.4. Remarques

Les quantités appliquées par contact de surface durant 5 secondes sont de manière générale très faibles, elles correspondent au maximum à des valeurs de l'ordre de 30 g par équivalent mètre carré et expliquent les mesures de pénétration insuffisantes de tous les produits. Ces traitements insuffisants sont liés à la structure porométrique très compacte des mortiers élaborés suivant la norme européenne et conduit à ne pas pouvoir retenir ce type de composition comme représentative des mortiers de maçonnerie, d'enduit, ou de jointoiment.

Malgré ces résultats négatifs et compte tenu de l'intérêt que présente la possibilité de fabriquer des matériaux supports très homogènes(voir les résultats d'absorption d'eau et de cinétique de séchage), nous avons opté pour la réalisation d'essais complémentaires visant à obtenir un mortier de structure porométrique plus ouverte en diminuant le dosage en eau des mélanges.

3.2. Epruvettes suivant la norme en réduisant le E/C.

3.2.1. Confection des éprouvettes

Les mortiers envisagés ont été confectionnés en laboratoire suivant les prescriptions résumées au paragraphe 3.1.1 de la norme. La différenciation des mélanges est obtenue dans ce cas par des dosages en eau plus faibles que le rapport de 0,5, prescrit. Les quantités d'eau retenues correspondent dans ce cas à des valeurs de E/C (quantité d'eau/ quantité de ciment) de 0,40 ; 0,32 et 0,25 . Comme précédemment les éprouvettes ont été découpées en 2 après démoulage et conditionnées jusqu'à carbonatation complète en laboratoire avant application des produits hydrofuges.

Les absorptions d'eau mesurées sur ces éprouvettes sont reprises au tableau 3211 ci-après

Tableau 3211

épreuve	abs. Après 5 min.	abs. après 15 min.	abs. entre 5 et 15 min.
E/C= 0,40-1	0,09 ml	0,19 ml	0,10 ml
E/C= 0,40-2	0,13 ml	0,22 ml	0,09 ml
E/C= 0,32-1	4 ml en 7 sec.	-	calculée: 343 ml
E/C= 0,32-2	4 ml en 8 sec.	-	calculée: 300 ml
E/C= 0,25-1	4 ml en 5 sec.	-	calculée: 480 ml
E/C= 0,25-2	4 ml en 4 sec.	-	calculée: 600 ml

Remarques

L'utilisation d'un facteur E/C de 0,4, n'apporte pas de modification sensible de la structure poreuse des mortiers. Par contre, les facteurs E/C de 0,32 et de 0,25, permettent d'obtenir des absorptions d'eau excessivement élevées qui s'écartent des valeurs mesurées en réalité, même sur des mortiers de jointoiement de structures fort ouvertes.

3.2.2. Humidité des éprouvettes

La cinétique de séchage des éprouvettes des différents mortiers est renseignée au tableau 3221 et au graphique 3222 en page suivante.

Les résultats obtenus pour les mélanges à E/C=0,32 et 0,25 indiquent des cinétiques de séchage relativement élevées, l'humidité de 3% est obtenue après environ 24 heures pour les 2 mélanges et les valeurs de 6 % après environ 9 heures pour le dosage E/C=0,32 et 18 heures pour le mélange avec un E/C= 0,25.

Les humidités résiduelles après plus de 100 heures sont voisines de 2,5 à 3,5 %.

3.2.3. Application des produits hydrofuges

Après séchage des éprouvettes en ambiance laboratoire, les différents produits hydrofuges définis au point 3.1.3 ont été appliqués par contact de surface pendant 5 secondes. Dans ce cas, nous n'avons pas envisagé de pourcentages d'humidité différents lors des applications compte tenu de la différence très importante de porosité des

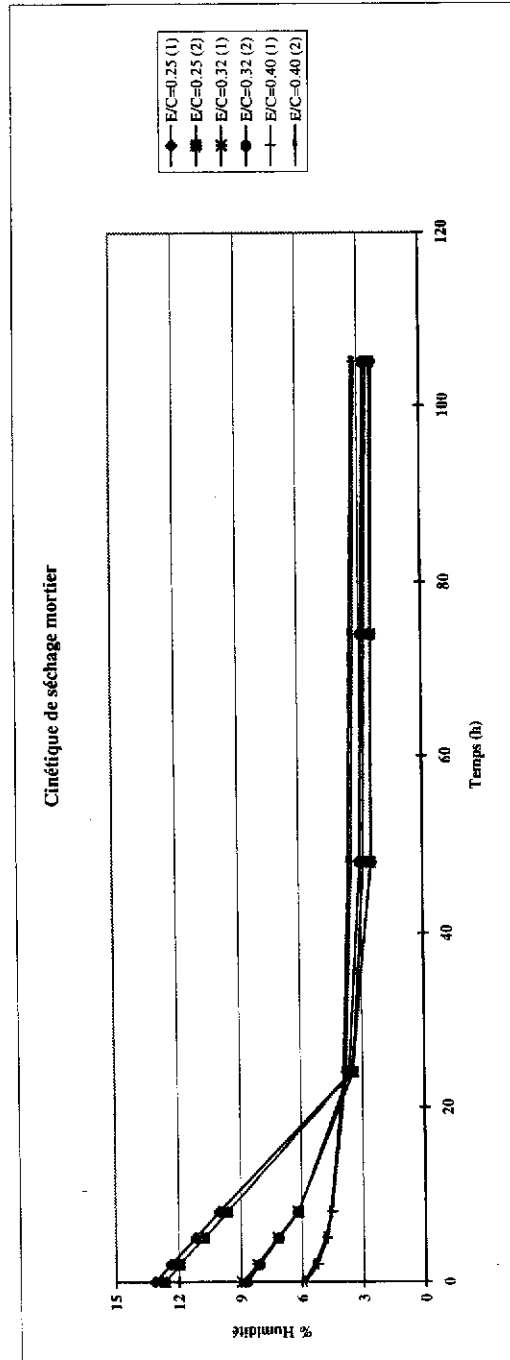
Tableau 3221

Séchage mortier

Ambiance: 45% HR - 20°C.

Eprouvette: E/C	Masse humide:	Masse après 2 h séchage:		Masse après 5 h séchage:		Masse après 8 h séchage:		Masse après 24 h séchage:		Masse après 48 h séchage:		Masse après 74 h séchage:		Masse après 105 h séchage:		Masse après séch. à 75°C
		% hum:	% hum:	% hum:	% hum:	% hum:	% hum:	% hum:	% hum:	% hum:	% hum:	% hum:	% hum:	% hum:		
0.25	218.7	13.1	12.4	11.2	10.0	200.1	198.1	198.0	2.4	197.8	2.3	193.3				
	188.4	12.7	12.0	10.8	9.6	173.0	171.4	171.3	2.5	171.2	2.4	167.2				
0.32	201.8	9.0	8.2	7.2	6.2	191.6	190.5	190.3	2.9	190.0	2.6	185.2				
	247.5	8.7	8.1	7.1	6.1	236.0	234.6	234.3	3.0	233.9	2.7	227.7				
0.40	218.0	5.8	5.2	4.8	4.5	213.8	213.1	212.8	3.4	212.5	3.2	206.0				
	301.3	5.9	5.4	4.9	4.6	295.5	294.6	294.2	3.6	293.7	3.3	284.4				
Moyenne:		9	9	8	7	4	3	3	3	3	3	3				

Graphique 3222



supports.. Les quantités appliquées(ramenées en g/m^2) sont renseignées au tableau 3231 ci-après, qui reprend également les profondeurs de pénétration des traitements.

Tableau 3231

produits	facteur E/C mortier	quantité appliquée	pénétration mesurée
silane	0,40	259 g/m^2	3 mm
silane	0,32	1483 g/m^2	> 10 mm
silane	0,25	2294 g/m^2	> 10 mm
silicone	0,40	266 g/m^2	< 0,5 mm
silicone	0,32	1469 g/m^2	> 10 mm
silicone	0,25	2280 g/m^2	> 10 mm
siloxane aromatique	0,40	239 g/m^2	<0,5 mm
siloxane aromatique	0,32	1171 g/m^2	> 10 mm
siloxane aromatique	0,25	2603 g/m^2	> 10 mm
siloxane aliphatique	0,40	265 g/m^2	< 0,5 mm
siloxane aliphatique	0,32	1019 g/m^2	> 10 mm
siloxane aliphatique	0,25	2800 g/m^2	> 10 mm

3.2.4. Remarques

Au niveau des quantités appliquées et des profondeurs atteintes par les traitements, le mélange à dosage E/C de 0,40 est relativement représentatif des bétons rencontrés couramment sur chantiers dans l'optique de traitements hydrophobes. Cette composition pourrait donc à ce titre être retenue comme référence pour le traitement des bétons. Pour les mélanges élaborés à l'aide de facteurs E/C de 0,32 et de 0,25, les quantités appliquées et les profondeurs mesurées, confirment les constatations faites sur base des mesures d'absorption avant traitement, c'est-à-dire que ces supports s'écartent trop de ceux couramment rencontrés en réalité (même en ce qui concerne les mortiers de jointoiement).

3.3. Eprouvettes suivant le norme en augmentant le facteur E/C

Compte tenu que les mélanges étudiés précédemment, c'est-à-dire avec des dosages en eau de 0,5 (conformes à la norme) ou des valeurs inférieures de 0,40; 0,32 et 0,25, permettent de retenir un support représentatif des bétons mais pas des mortiers, nous avons orienté les essais vers des compositions à fluidité élevée ($E/C > 0,5$). Bien que s'éloignant de la pratique des mortiers couramment utilisés en maçonnerie, ces mélanges surdosés en eau devraient présenter des porosités assez élevées, liées à l'évaporation de l'eau ajoutée en excès.

3.3.1. Confection des éprouvettes

Toutes les prescriptions de la norme sont également d'application pour ces éprouvettes. Seules les quantités d'eau ajoutées au mélanges ont été modifiées afin d'atteindre des valeurs de E/C de 0,6 et de 0,7. Des essais de mélange avec des dosages en eau supérieurs se sont soldés par des échec, le mortier frais ne pouvant plus être mis en

oeuvre dans des conditions acceptables. Après démoulage, les éprouvettes ont été sciées en 2 dans le sens longitudinal et les mesures d'absorption à la pipe en verre menées après 28 jours (voir tableau 3311 ci-après).

Tableau 3311

épreuve	abs. après 5 min.	abs. après 15 min.	abs. entre 5 et 15 min.
E/C= 0,6-1	0,35	0,53	0,18
E/C= 0,6-2	0,33	0,50	0,17
E/C= 0,6-3	0,32	0,50	0,18
E/C= 0,6-4	0,24	0,40	0,16
E/C= 0,7-1	0,31	0,50	0,19
E/C= 0,7-2	0,30	0,53	0,23
E/C= 0,7-3	0,30	0,50	0,20
E/C= 0,7-4	0,30	0,50	0,20

Ces résultats d'absorption relativement semblables pour chacun des dosages en eau étudié confirment une bonne homogénéité des éprouvettes. En ce qui concerne l'augmentation espérée des absorptions, les résultats montrent une augmentation sensible, passant de 0,06 à 0,17 pour respectivement des E/C de 0,5 (voir tableau 3111) à 0,6, le passage à des E/C de 0,7 ne permet plus qu'un gain négligeable à ce niveau (0,17 à 0,20).

3.3.2. Humidité des éprouvettes

La cinétique de séchage des éprouvettes est reprise au tableau 3321 et au graphique 3322 en page suivante. Notons que les vitesses de séchage sont assez semblables à celle constatée pour le rapport E/C de la norme (0,5) et sont nettement plus lentes que celles observées pour les mortiers élaborés avec des facteurs E/C faibles.

3.3.3. Application des produits hydrofuges

L'application des produits définis au point 3.1.3 est identifiée au tableau 3331 ci-après.

Tableau 3331

produits	facteur E/C mortier	quantité appliquée	pénétration mesurée
silane	0,60	159 g/m ²	4 mm
silane	0,70	169 g/m ²	5 mm
silicone	0,60	134 g/m ²	<0,5 mm
silicone	0,70	144 g/m ²	≈0,5 mm
siloxane aromatique	0,60	141 g/m ²	<0,5 mm
siloxane aromatique	0,70	147 g/m ²	<0,5 mm
siloxane aliphatique	0,60	144 g/m ²	<0,5 mm
siloxane aliphatique	0,70	184 g/m ²	≈0,5 mm

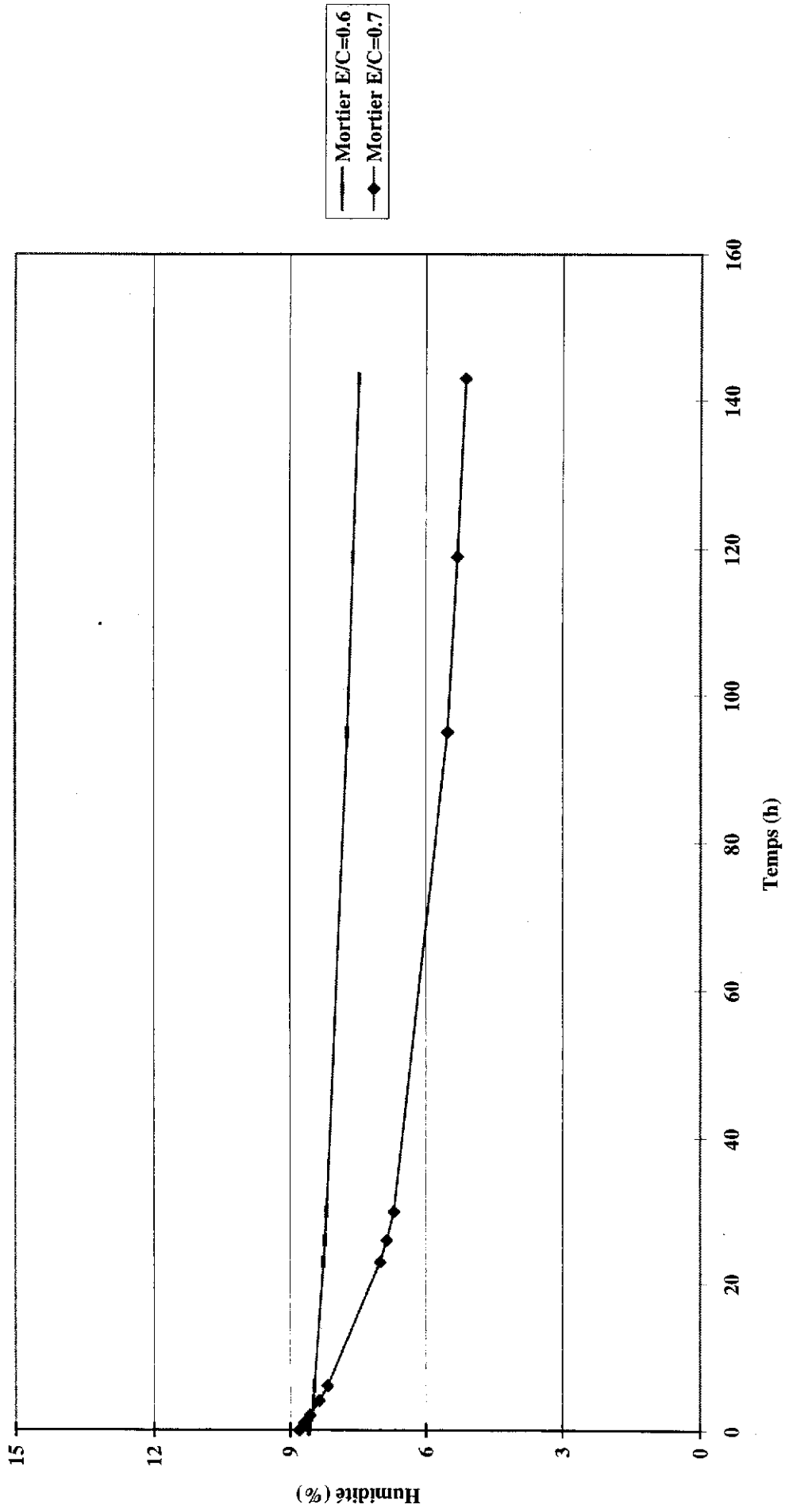
Tableau 33.21

Epruvette Mortier E/C=1/6	Masse humide	% hum.	Masse après séchage 1 h:		Masse après séchage 2 h:		Masse après séchage 4 h:		Masse après séchage 6 h:		Masse après séchage 23 h:		Masse après séchage 26 h:		Masse après séchage 30 h:		Masse après séchage 95 h:		Masse après séchage 143 h:		Sec 45°C	
			hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%		
6-1	143,57	8,7	143,53	8,7	143,47	8,7	143,41	8,6	143,36	8,6	143,01	8,3	142,96	8,3	142,90	8,2	142,16	7,7	141,97	7,5	141,77	7,4
6-2	148,10	8,5	148,07	8,5	148,04	8,5	147,99	8,4	147,98	8,4	147,80	8,3	147,78	8,3	147,75	8,3	147,32	8,0	147,19	7,9	147,06	7,8
6-3	141,57	8,5	141,53	8,5	141,48	8,5	141,41	8,4	141,39	8,4	141,10	8,2	141,05	8,1	140,99	8,1	140,33	7,6	140,14	7,4	139,95	7,3
Moyenne	8,6	8,6	8,6	8,5	8,5	8,5	8,5	8,4	8,4	8,4	8,2	8,2	8,2	8,2	8,1	7,7	7,6	7,6	7,4	7,4	7,3	7,5
Min	8,5	8,5	8,5	8,5	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,2	8,2	8,2	8,2	8,1	7,6	7,6	7,6	7,4	7,4	7,3	7,5
Max	8,7	8,7	8,7	8,7	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6	8,3	8,3	8,3	8,3	8,3	8,0	8,0	8,0	7,9	7,9	7,8	7,8
Ecart type	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3

Epruvette Mortier E/C=0,7	Masse humide	% hum.	Masse après séchage 1 h:		Masse après séchage 2 h:		Masse après séchage 4 h:		Masse après séchage 6 h:		Masse après séchage 23 h:		Masse après séchage 26 h:		Masse après séchage 30 h:		Masse après séchage 95 h:		Masse après séchage 119 h:		Masse après séchage 143 h:		Sec 45°C
			hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	hum.	%	
7-1	149,35	8,6	149,17	8,5	148,98	8,4	148,67	8,1	148,38	7,9	146,59	6,6	146,39	6,5	146,19	6,3	144,69	5,2	144,42	5,0	144,20	4,9	
7-2	147,65	9,0	147,52	8,9	147,37	8,8	147,10	8,6	146,88	8,4	145,43	7,3	145,23	7,2	145,01	7,0	143,33	5,8	143,01	5,6	142,74	5,4	
7-3	149,20	8,8	149,03	8,7	148,87	8,6	148,60	8,4	148,36	8,2	146,83	7,1	146,62	6,9	146,39	6,8	144,71	5,5	144,42	5,3	144,17	5,1	
Moyenne	8,8	8,8	8,7	8,6	8,6	8,4	8,4	8,2	8,2	8,2	7,0	7,0	6,9	6,9	6,9	6,7	6,9	5,5	5,5	5,3	5,3	5,1	5,1
Min	8,6	8,6	8,5	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	6,6	6,6	6,5	6,5	6,5	6,3	6,3	5,2	5,2	5,0	5,0	4,9	4,9
Max	9,0	9,0	8,9	8,8	8,8	8,6	8,6	8,4	8,4	8,4	7,3	7,3	7,2	7,2	7,2	7,0	7,0	5,8	5,8	5,6	5,6	5,4	5,4
Ecart type	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3

Graphique 3322

Séchage



3.3.4. Remarque

Les profondeurs atteintes par les traitements évoluent en parallèle avec les valeurs d'absorption d'eau.

Pour les mortiers élaborés à l'aide de dosages E/C de 0,6 et 0,7, les valeurs d'absorption d'eau et les profondeurs atteintes par les silanes peuvent être considérées comme représentatives de bétons courants, au même titre que le dosage E/C de 0,4 étudié au point précédent (voir 3.2.4). Pour les autres produits on note par contre des profondeurs de pénétration des traitements à la limite du mesurable ($< 0,5$ mm), qui ne sont pas favorables à l'étude comparative des traitements et ne sont pas représentatives des mortiers courants.

3.4 Remarques générales concernant les mortiers normalisés

- Les mortiers élaborés conformément la norme EN 196-1 présentent une compacité très élevée qui ne permet pas la pénétration sensible des produits hydrofuges, même ceux présentant les poids moléculaires les plus bas et préconisés pour le traitement des bétons (silanes).
- En réduisant le facteur E/C à 0,40, on obtient un support toujours relativement compact, mais susceptible d'être traité par les formulations à faible poids moléculaires (silanes); les autres produits ne présentant aucune pénétration décelable ($< 0,1$ mm).
- Une réduction complémentaire de la teneur en eau (E/C de 0,32 et 0,25), conduit à des matériaux anormalement absorbants et des profondeurs de traitement supérieures à 10 mm pour tous les produits; ces valeurs amenant à considérer ces supports comme non représentatifs des mortiers courants.
- L'augmentation de la teneur en eau du mortier (E/C de 0,6 et 0,7), conduit ,comme dans le cas du E/C 0,4, à une absorption légèrement plus importante des supports et les résultats obtenus (absorption d'eau et profondeurs atteintes par les traitements), incitent à retenir préférentiellement cette solution dans l'optique d'une fabrication de supports représentatifs des bétons courants.

3.5. Supports élaborés suivant la norme EN 196-1, à l'aide de sable M31

Si, parmi les mortiers élaborés aux points précédents, certains peuvent être considérés comme représentatifs de béton courants, il n'a pas été possible d'obtenir des matériaux possédant des caractéristiques proches de celles des mortier (enduits, joints,...). Dans cette optique, les essais ont été poursuivis en se basant toujours sur la norme EN 196-1, mais en utilisant un sable de granulométrie raide en remplacement du sable normalisé.

3.5.1. Confection des éprouvettes

Sachant que la forte compacité du mortier élaboré suivant la norme européenne EN 196-1 est principalement liée à la granulométrie étalée du sable prescrit, nous avons tenté d'augmenter la porosité des éprouvettes en remplaçant ce sable par un quartz de granulométrie raide(càd contenant des grains de dimensions relativement semblable(voir répartition granulométrique ci-après), tous les autres paramètres de confection restant semblable à ceux de la norme(voir 3.1.1).

MICRON	10	20	30	40	50	60	%	M 31	
840									
590								SiO ₂	99,4 %
420								Fe ₂ O ₃	0,03 %
297								Al ₂ O ₃	0,3 %
210								* L.O.I.	0,16 %
149									
105								AFA	48
74									
< 74									

* L.O.I. : LOSS ON IGNITION (gloeiverlies - perte au feu.)

Après découpe et carbonatation en ambiance laboratoire, les éprouvettes ont fait l'objet d'une mesure d'absorption d'eau à la pipe en verre suivant la procédure RILEM 25 PEM, voir mesures au tableau 3511, ci-après:

Tableau 3511

épreuve	abs. après 5 min.	abs. après 15 min.	abs. entre 5 et 15 min.
1	0.55	1.25	0.70
2	0.60	1.25	0.65
3	0.55	1.30	0.75
4	0.65	1.35	0.70
5	0.55	1.30	0.75
6	0.55	1.25	0.70

Comme pour les éprouvettes réalisées à l'aide de sable normalisé, on note des absorptions d'eau relativement constantes et qui peuvent être considérées comme faibles.

3.5.2. Humidité des éprouvettes de mortier

Comme pour les éprouvettes précédentes, après découpe, nous avons suivi l'évolution du séchage en chambre climatique (45% HR, 20°C), les résultats et le graphique correspondant se retrouvent au tableau 3521 et graphique 3522 en page suivante.

L'allure des courbes d'évaporation est quasi identique pour toutes les éprouvettes et l'on remarque dans le cas de ces éprouvettes confectionnées à l'aide de sable M31 une vitesse d'évaporation nettement plus rapide que pour les éprouvettes correspondantes (avec E/C= 0,5) réalisée avec le sable normalisé et une humidité résiduelle nettement plus faible (≈ 1.3 % au lieu de 3.3 %). Compte tenu de ces éléments, nous avons également opté pour 2 humidités d'équilibre des supports d'essais (3 et 6 %), lors de l'application des produits hydrofuges.

3.5.3. Application des produits hydrofuges

Les mêmes formulations aux mêmes concentrations et solvants que lors de l'application sur éprouvettes "EN 161-1" ont été utilisés. Le tableau 3531 ci-après renseigne, pour deux

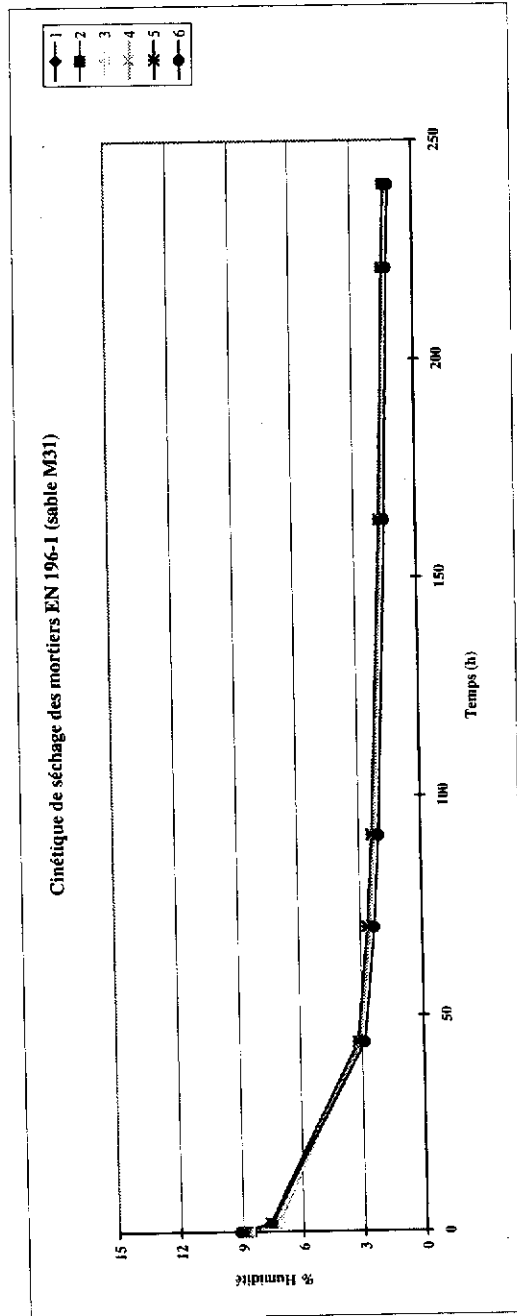
Tableau 3521

Evolution de l'assechement des mortiers élaborés suivant EN 196-1 (sable M31)

Ambiance: 35-40 % HR - 19 °C

Echantillon:	Masse humide:	Masse après 2 h séchage:		Masse après 44 h séchage:		Masse après 70 h séchage:		Masse après 91 h séchage:		Masse après 163 h séchage:		Masse après 221 h séchage:		Masse après 240 h séchage:		Masse après séch. à 45°C	
		% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:			
1	250.435	8.88	247.202	7.48	237.077	3.07	235.868	2.55	235.243	2.28	233.970	1.72	233.364	1.46	233.122	1.35	230.008
2	256.420	8.60	253.187	7.23	243.451	3.10	242.247	2.59	241.615	2.33	240.311	1.77	239.692	1.51	239.450	1.41	236.120
3	247.541	8.68	244.297	7.26	234.739	3.06	233.560	2.55	232.953	2.28	231.717	1.74	231.117	1.47	230.881	1.37	227.761
4	248.688	8.76	245.720	7.47	235.640	3.06	234.440	2.53	233.813	2.26	232.561	1.71	231.965	1.45	231.732	1.35	228.648
5	270.353	8.97	267.059	7.64	256.063	3.21	254.704	2.66	253.997	2.37	252.518	1.78	251.833	1.50	251.573	1.40	248.105
6	232.733	9.14	229.361	7.56	219.346	2.87	218.176	2.32	217.586	2.04	216.457	1.51	215.927	1.26	215.708	1.16	213.236
Moyenne:		8.8		7.4		3.1		2.5		2.3		1.7		1.4		1.3	

Graphique 3522



humidités différentes des éprouvettes au moment de l'application, les quantités mises en oeuvre et les profondeurs atteintes par les produits.

Tableau 3531

produits	% d'humidité support	quantité appliquée	pénétration mesurée
silane	3	188 g/m ²	2 à 3 mm
silane	6	250 g/m ²	3 à 4 mm
silicone	3	250 g/m ²	non mesurable
silicone	6	250 g/m ²	non mesurable
siloxane aromatique	3	250 g/m ²	non mesurable
siloxane aromatique	6	313 g/m ²	non mesurable
siloxane aliphatique	3	188 g/m ²	non mesurable
siloxane aliphatique	6	250 g/m ²	non mesurable

3.5.4. Remarques

Les quantités appliquées restent très faibles, elles avoisinent les 60 g/m² et expliquent les pénétrations non mesurables pour la majorité des produits (sauf pour les silanes qui possèdent des dimensions moléculaires très petites). Ces valeurs de pénétration, bien que plus favorables que celles obtenues pour un facteur E/C semblable avec le sable normalisé, restent insuffisantes que pour être représentatives des mortiers rencontrés en pratique. Afin d'augmenter encore et dans la mesure du possible la porosité des mortiers, des essais complémentaires à l'aide d'un mélange à plus faible teneur en eau est envisagé (comme en réalité lors du jointoiement de maçonneries). Malgré les difficultés de mise en oeuvre de manière reproductible de ce type de mortier, cette opportunité est examinée ci-après.

3.6. Eprouvettes à l'aide de sable M31 en réduisant le E/C

3.6.1. Confection des éprouvettes

Les mortiers envisagés ont été confectionnés en laboratoire suivant les prescriptions de la norme résumées au paragraphe 3.1.1. La différenciation des mélanges par rapport au point précédent est obtenue par des dosages en eau plus faibles. La quantité d'eau retenue correspond dans ce cas à un E/C (quantité d'eau/ quantité de ciment) de 0,30 . Comme précédemment les éprouvettes ont été découpées en 2 après démoulage et conditionnées jusqu'à carbonatation complète en laboratoire avant application des produits hydrofuges.

Les absorptions d'eau mesurées sur ces éprouvettes sont reprises au tableau 3611 ci-après

Tableau 3611

éprouvette	abs. de 4 ml	abs. après 15 min.	abs. entre 5 et 15 min.
E/C= 0,30-1	après 5 sec.	-	480 ml
E/C= 0,30-2	après 6 sec.	-	400 ml
E/C= 0,30-3	après 5 sec.	-	480 ml
E/C=0,30-4	après 6 sec.	-	400 ml

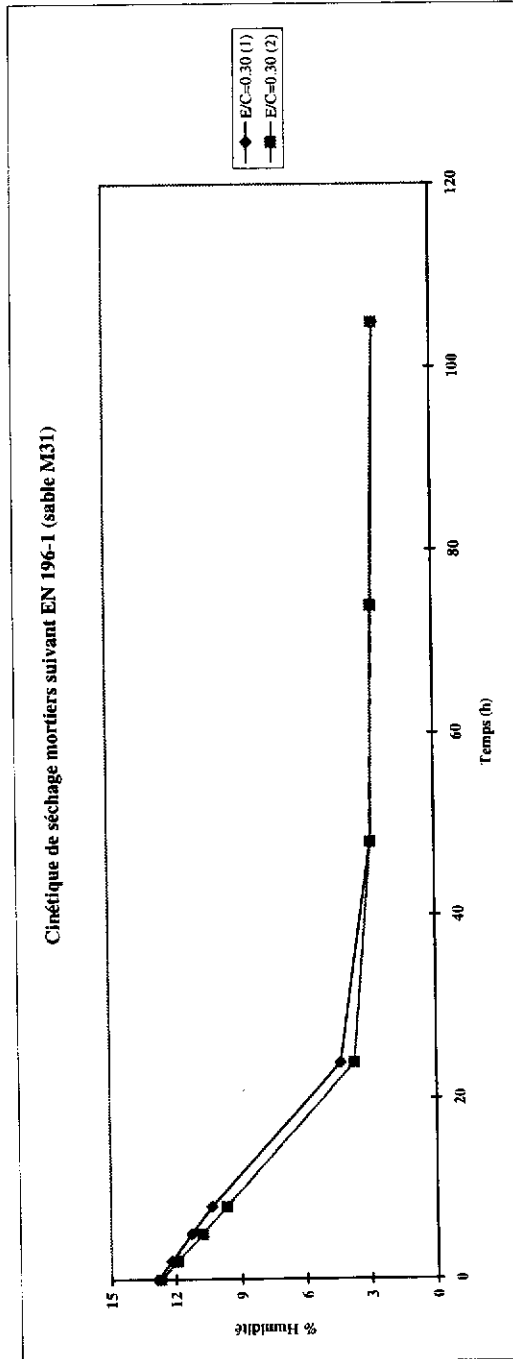
Tableau 3621

Evolution de l'assèchement des mortiers élaborés suivant EN 196-1 (sable M31)

Ambiance: 45% HR - 20°C

Eprouvette: E/C	Masse humide:	Masse après séchage 2 h:		Masse après séchage 5 h:		Masse après séchage 8 h:		Masse après séchage 24 h:		Masse après séchage 48 h:		Masse après séchage 74 h:		Masse après séchage 105 h:		Sec 75°C
		% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:		
0.30	256.6	12.8	12.2	11.3	10.3	9.7	4.4	2.9	2.9	2.8	2.8	2.8	2.6	2.6	2.6	227.4
	214.7	12.7	11.9	10.8	9.7	3.7	3.7	3	3	3	3	3	3	3	190.5	
Moyenne:		13	12	11	10	4	4	3	3	3	3	3	3	3		

Graphique 3622



Remarquons comme pour les mélanges avec sable normalisé et E/C de 0,32 et 0,25 que ces absorptions très élevées ne sont pas spécialement favorables à l'étude des hydrofuges.

3.6.2. Humidité des éprouvettes

La cinétique de séchage des éprouvettes est renseignée au tableau 3621 et au graphique 3622 en page suivante.

Les résultats obtenus sont assez comparables à ceux des mélanges réalisés à l'aide du sable normalisé et de facteurs E/C de 0,32 et 0,25. Les humidités résiduelles de 3 et 6 % sont obtenues respectivement après des délais de ≈ 40 heures et ≈ 18 heures.

3.6.3. Application des produits hydrofuges

Après humidification et conditionnements de 18 et 40 heures, les éprouvettes présentant respectivement 6% et 3% d'humidité, ont été traitées à l'aide des produits hydrofuges définis au 3.1.1. Les quantités appliquées par contact de surface durant 5 secondes sont renseignées au tableau 3631 ci-après, qui reprend également les profondeurs de pénétration des traitements.

Tableau 3631

produits	% humidité support	quantité appliquée	pénétration mesurée
silane	3	1859 g/m ²	>10 mm
silane	6	2048 g/m ²	>10 mm
silicone	3	2003 g/m ²	>10 mm
silicone	6	2173 g/m ²	>10 mm
siloxane aromatique	3	2038 g/m ²	>10 mm
siloxane aromatique	6	1837 g/m ²	>10 mm
siloxane aliphatique	3	1849 g/m ²	>10 mm
siloxane aliphatique	6	1474 g/m ²	>10 mm

3.6.4. Remarques

Qu'il s'agisse d'application de silicones monomères, oligomères ou polymères, sur des éprouvettes contenant 3 ou 6 % d'humidité, on note dans tous les cas des profondeurs de pénétration des produits supérieures à 10 mm, c'est-à-dire à toute l'épaisseur des échantillons. Ces pénétrations importantes, prévisibles dès les mesures d'absorption d'eau à la pipe en verre, sont à mettre en parallèle avec celles obtenues au chapitre 3.2 pour les mortiers élaborés à l'aide de sable normalisé pour des E/C de 0,32 et 0,25.

Notons également et de manière accessoire que les éprouvettes testées dans ce cas possèdent des résistances mécaniques insuffisantes qui ne permettent pas des manipulations sans risques de pulvérisation.

3.7. Remarque concernant les mortiers normalisés à base de sable M.31

Le remplacement du sable normalisé par du sable de granulométrie plus raide de type M.31, ne modifie pas suffisamment les caractéristiques en porosité que pour être retenu de

manière pratique dans l'étude des produits hydrofuges; et ce pour des mélanges à E/C normal de 0,50 ou réduit à 0,30.

4. Supports d'essais élaborés industriellement

D'emblée, nous avons exclu dans cette approche de matériaux standard de référence les différents blocs de béton disponibles commercialement. En effet, l'expérience que nous possédons concernant la structure pométrique très ouverte de ces blocs, incite à les classer comme des supports très difficiles à hydrofuger en pratique.

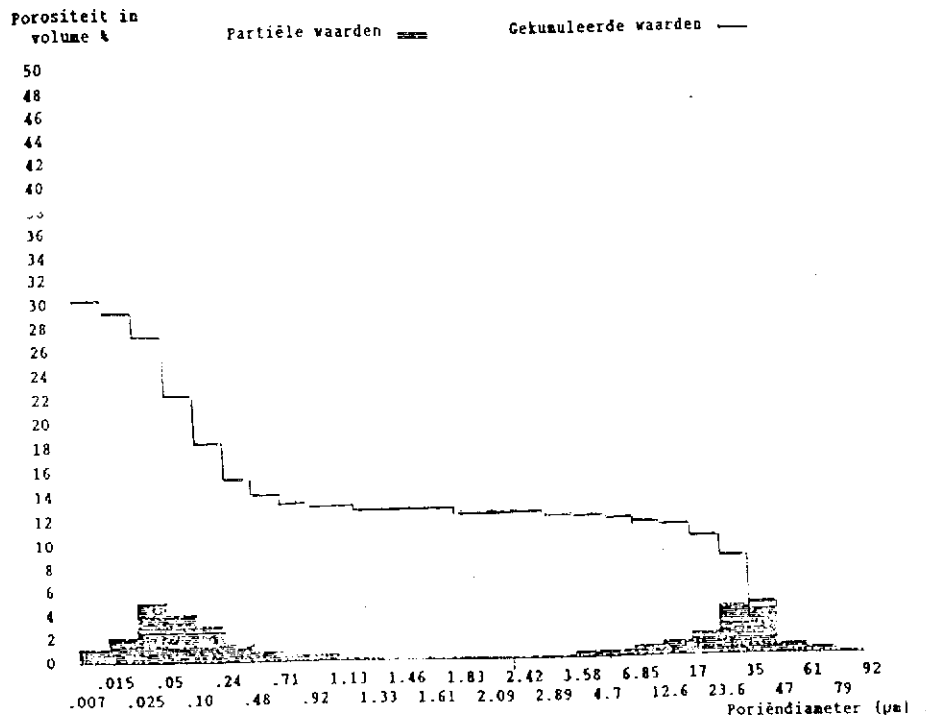
Suite aux différents contacts avec les fabricants, les experts concernés et nos collègues de laboratoires à l'étranger, il est apparu que la brique silico-calcaire pourrait par contre présenter des caractéristiques intéressantes pour notre usage, c'ad:

- une porosité importante du fait d'une fabrication à partir de mélanges sables/chaux secs et compactés sous pression;
- un matériaux apparemment homogènes au sein d'un même bloc;
- un dosages des constituants contrôlés laissant supposer une bonne constance de qualité entre les différents lots de fabrication;
- un matériau très courant sur le marché.

Après examens rapide des blocs disponibles sur le marché et identification en laboratoire, il apparaît:

- lors de la découpe, de nombreuses impuretés à l'intérieur des blocs. Elles se présentent sous la forme d'inclusions de natures et de porosités différentes;
- une répartition pométrique assez particulière (voir graphique 4.1, ci-après) qui montre 2 types principaux de pores: les premiers axés sur 0.1 à 1.0 μm (pores du liant calcaire) et les seconds sur 10 à 50 μm (pores entre les grains de quartz). Entre ces deux extrêmes, c'ad de 1 à 10 μm , la porosité est quasi inexistante.

Graphique 4.1: histogramme pométrique type d'un bloc silico-calcaire



Suite à un échange de vue avec le fabricant des blocs et les responsables du secteur, nous avons retenu deux types de blocs susceptibles de répondre à nos besoins, c'ad présentant des inclusions moins nombreuses et mieux réparties ainsi qu'une porosité plus étalée. Il s'agit d'un type fabriqué (B) dans notre pays et susceptible d'offrir une bonne constance et une certaine homogénéité (sources SICA) et d'une qualité de bloc fabriquée aux Pays-Bas (RCK) et conseillée par le groupement du Research Centrum voor Kalkzandsteen.

4.1. Matériau silico-calcaire''B''

Ces blocs ont fait l'objet de mesures systématiques de porosité afin de s'assurer de la répartition des pores et de l'homogénéité du matériau. Un résumé des résultats est repris au tableau 411 et le détail des courbes porométriques aux pages 20, 21 et 22..

Tableau 411

Bloc	épreuve	densité	porosité totale (vol.%)	Ø moyen des pores(µm)	surf. spécif. (m ² /g)
1	1.1	1.81	31.94	0.0519	24.512
1	1.2	1.86	30.06	0.0394	24.414
1	1.3	1.85	31.39	0.0498	23.692
2	2.1	1.85	31.23	0.0444	23.900
2	2.2	1.84	31.40	0.0494	22.750
2	2.3	1.86	30.71	0.0382	24.277

Il est remarquer que les éprouvettes découpées dans les 2 blocs présentent une porosité plus continue que celle des silico-calcaires ''courants'' (voir graphique 4.1) . Cette meilleure continuité dans la structure porométrique, comprise entre $\approx 0.01\mu\text{m}$ et $\approx 30\mu\text{m}$, se traduit également par une densité accrue. Les résultats traduisent également une relativement bonne homogénéité que ce soit dans un même bloc ou entre les 2 blocs fournis.

Ces résultats incitent à mener, comme pour les éprouvettes de mortier, une première approche concernant la cinétique de séchage et l'application des produits hydrofuges.

4.1.1. Humidité des éprouvettes silico-calcaires

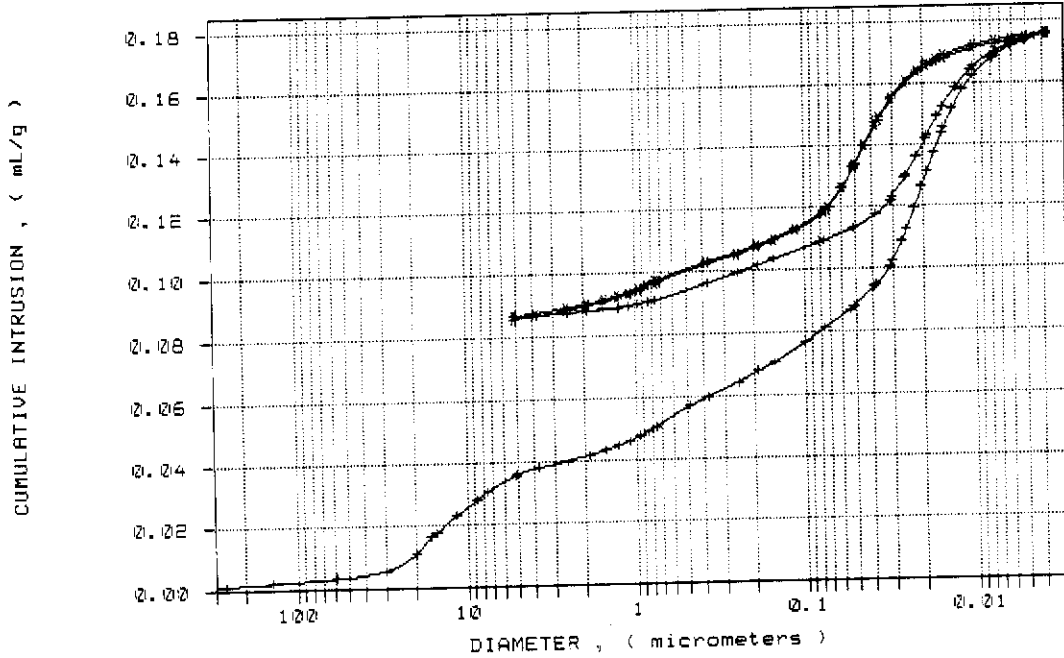
En parallèle à l'approche suivie pour les mortiers, des essais de cinétique de séchage des éprouvettes silico-calcaires ont été menés. Ils permettent de confirmer l'homogénéité du matériau et de sélectionner les paramètres de séchage permettant d'obtenir les 2 humidités (3 et 6 %) retenues pour l'application des produits d'hydrofugation. Les résultats obtenus sont repris au tableau 4111 et au graphique 4112 en page 23.

Notons que par rapport aux mortiers testés précédemment,, le matériau silico-calcaire sèche rapidement et évacue la moitié de son eau après environ 12 heures.

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /315
OPERATOR:
SAMPLE ID: silicaat 1.1
SUBMITTER:

LP 10:02:33 07/22/96
HP 11:56:38 07/22/96
REP 11:56:38 07/22/96

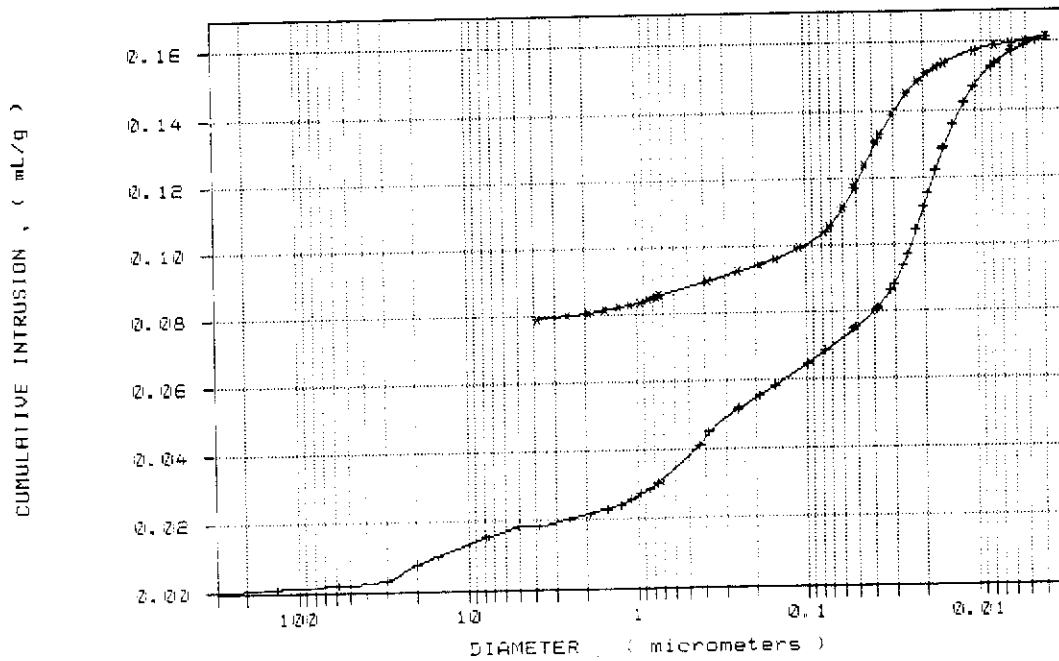
CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
+ intrusion, * extrusion



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /317
OPERATOR:
SAMPLE ID: silicaat 1.2
SUBMITTER:

LP 14:11:47 07/22/96
HP 08:54:51 07/23/96
REP 08:54:51 07/23/96

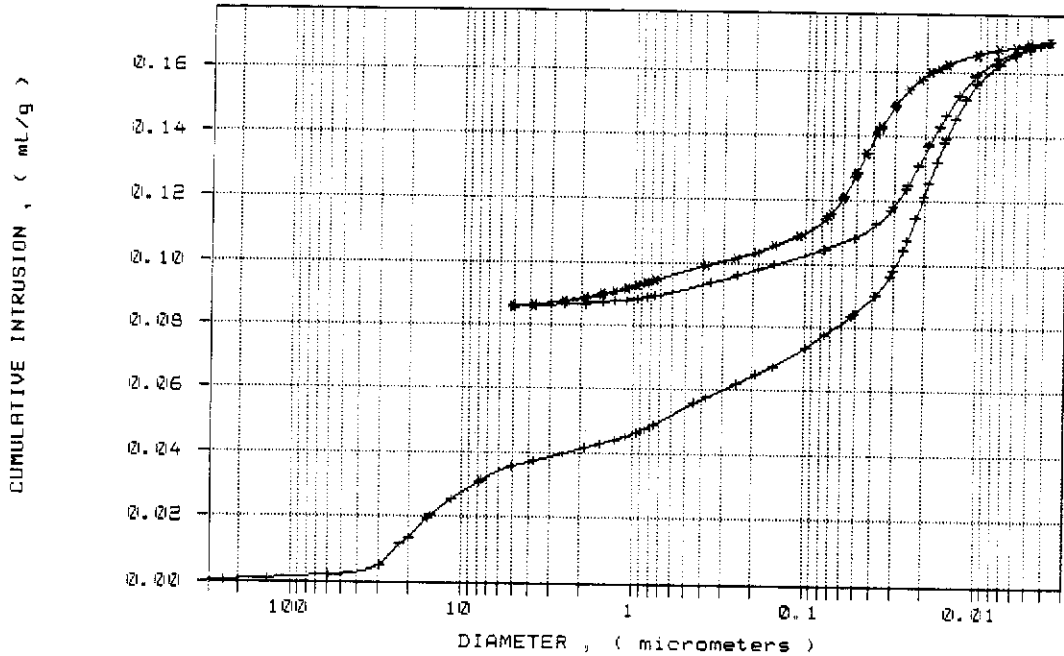
CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
+ intrusion, * extrusion



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /319
OPERATOR:
SAMPLE ID: silicaat 1.3
SUBMITTER:

LP 10:12:16 07/23/96
HP 12:10:29 07/23/96
REP 12:10:29 07/23/96

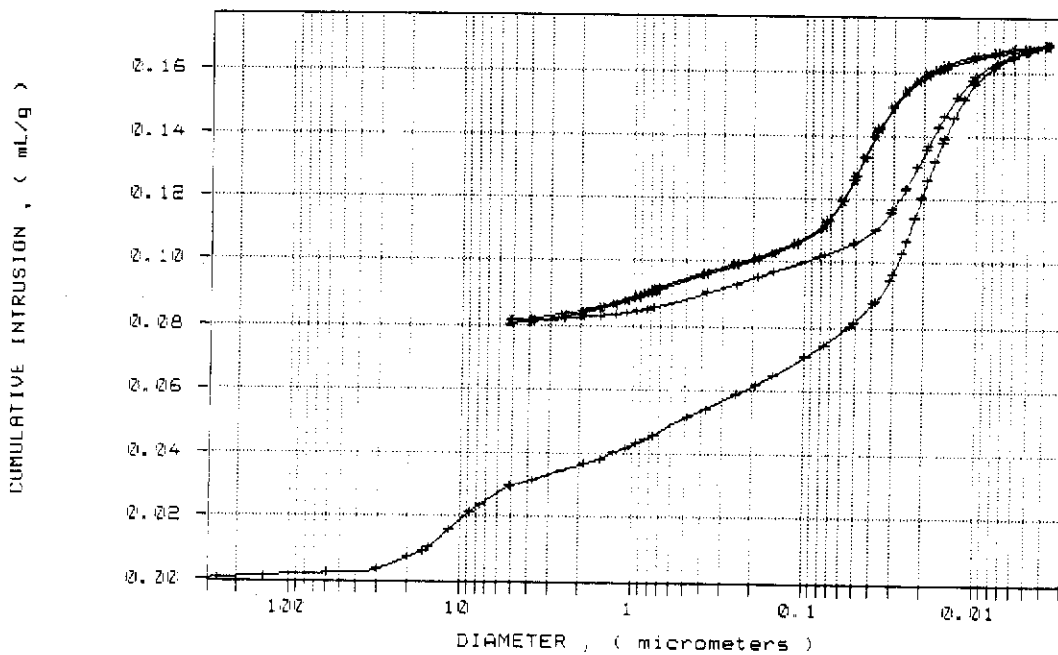
CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
+ intrusion, * extrusion



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /316
OPERATOR:
SAMPLE ID: silicaat 2.1
SUBMITTER:

LP 10:02:33 07/22/96
HP 11:56:38 07/22/96
REP 13:03:31 07/22/96

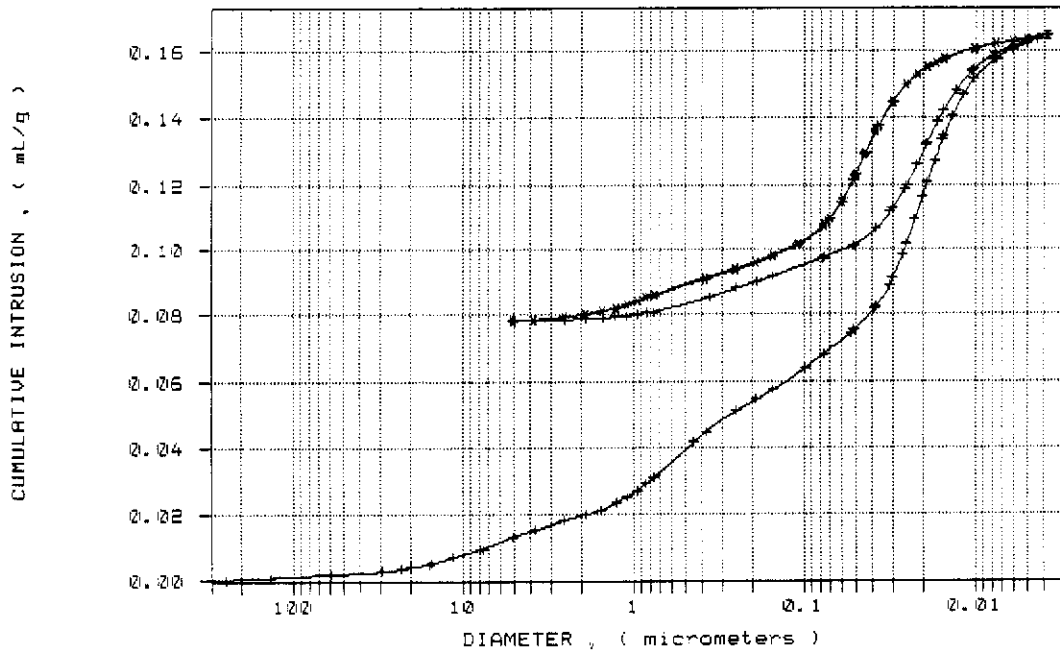
CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
+ intrusion, * extrusion



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /320
OPERATOR:
SAMPLE ID: silicaat 2.3
SUBMITTER:

LP 10:12:16 07/23/96
HP 12:10:29 07/23/96
REP 12:10:39 07/23/96

CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
+ intrusion, * extrusion



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /318
OPERATOR:
SAMPLE ID: silicaat 2.2
SUBMITTER:

LP 14:11:47 07/22/96
HP 08:54:51 07/23/96
REP 08:55:05 07/23/96

CUMULATIVE INTRUSION vs DIAMETER
+ intrusion, * extrusion

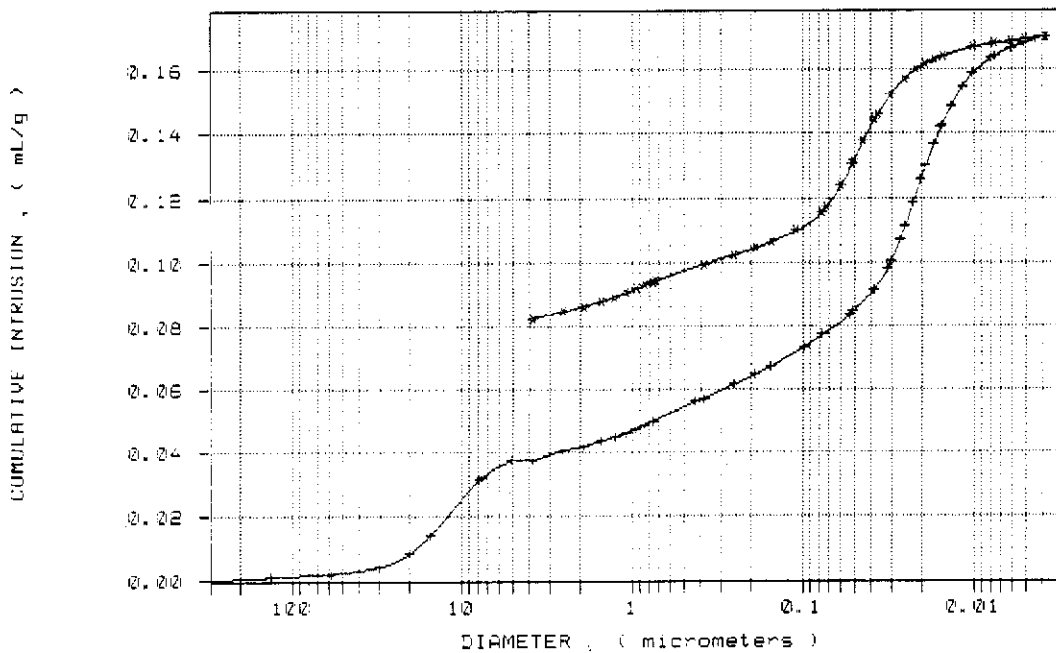


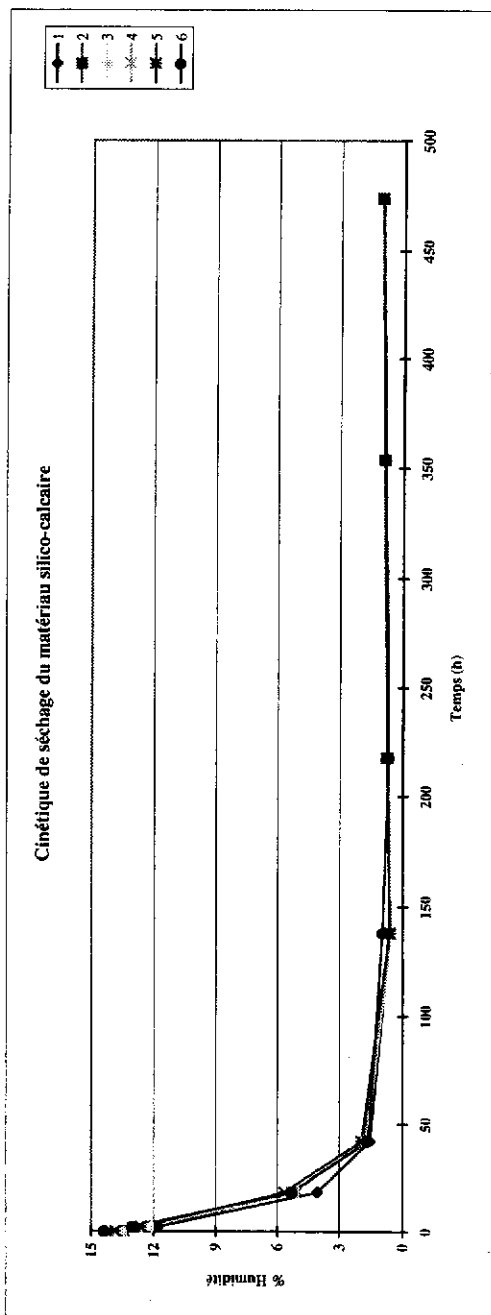
Tableau 4111

Evolution de l'assèchement du matériau silico-calcaire

Ambiance: 45% HR - 20°C.

Echantillon:	Masse humide:	Masse après 2 h séchage:		Masse après 18 h séchage:		Masse après 42 h séchage:		Masse après 138 h séchage:		Masse après 218 h séchage:		Masse après 354 h séchage:		Masse après 474 h séchage:		Masse après séch. à 105°C
		% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:	% hum.:		
SILICA 1	253.56	13.39	249.94	11.77	232.69	4.06	227.09	1.55	224.97	0.60	225.30	0.75	225.66	0.91	225.98	223.62
	254.76	13.42	251.90	12.14	236.20	5.16	228.69	1.81	226.01	0.62	226.34	0.77	226.70	0.93	227.02	224.62
SILICA 2	245.99	13.54	243.24	12.27	227.91	5.19	220.30	1.68	217.86	0.55	218.17	0.70	218.56	0.88	218.88	216.66
	255.72	14.12	252.67	12.76	235.94	5.29	228.04	1.77	225.40	0.59	225.72	0.73	226.14	0.92	226.47	224.08
Moyenne:	257.74	13.84	254.97	12.61	239.18	5.64	230.85	1.96	227.84	0.63	228.12	0.76	228.48	0.91	228.79	226.41
	259.27	14.36	256.21	13.01	238.67	5.28	230.42	1.64	228.91	0.97	228.24	0.67	228.65	0.86	229.00	226.71
		13.8		12.4		5.1		1.7		0.7		0.7		0.9		1.0

Graphique 4112



4.1.2. Application des produits hydrofuges

Après séchage et conditionnement des éprouvettes afin d'obtenir une humidité de 3 et 6 % (càd après ≈ 17 et 30 heures), les éprouvettes ont été traitées à l'aide des différents produits précédemment identifiés au 3.1.3.

Les quantités appliquées par contact de surface durant 5 secondes sont renseignées au tableau 4121 ci-après, de même que les profondeurs de pénétration des produits dans les supports, mesurées par micro-goutte sur une tranche brisée.

Tableau 4121

produits	% d'humidité support	quantité appliquée	pénétration mesurée
silane	3	378 g/m ²	3 mm
silane	6	283 g/m ²	2 mm
silicone	3	269 g/m ²	<0,5 mm
silicone	6	213 g/m ²	<0,5 mm
siloxane aromatique	3	235 g/m ²	<0,5 mm
siloxane aromatique	6	188 g/m ²	<0,5 mm
siloxane aliphatique	3	190 g/m ²	<0,5 mm
siloxane aliphatique	6	205 g/m ²	<0,5 mm

4.1.3. Remarques:

En parallèle aux quantités appliquées relativement peu importantes, on note des profondeurs de pénétration des produits insuffisantes que pour considérer ce type de support comme éléments standard dans le cadre de l'étude envisagée.

4.2. Matériau silico-calcaire "RCK"

De la même manière que pour le bloc de type B, le bloc silico-calcaire "RCK" a fait l'objet d'essais de caractérisation. Les principaux résultats sont repris ci-après:

- Masse volumique moyenne de 1,93 g/cm³ (moyenne de 6 mesures, écart type de 0,02 g/cm³).
- Porosité totale moyenne de 26,40 % en volume (moyenne de 6 mesures, écart type de 0,66 %).
- Cinétique de séchage au tableau 4.2.1 et graphique 4.2.2 en page suivante.

4.2.1 Application des produits hydrofuges

Après humidification et conditionnement de 80 et 160 heures en ambiance laboratoire afin d'obtenir des humidités résiduelles de respectivement 6 et 3 %, les éprouvettes sont traitées à l'aide des produits identifiés au point 3.1.3.

Les quantités appliquées par contact de surface durant 5 secondes sont renseignées au tableau 4.2.1.1 ci-après, de même que les profondeurs de pénétration des produits dans les supports.

Tableau 421

Evolution de l'assèchement du matériau silico-calcaire

Ambiance: 55% HR - 20°C

Epreuve Silico-calcaire	Masse humide		Masse après séchage 1 h:		Masse après séchage 2 h:		Masse après séchage 4 h:		Masse après séchage 6 h:		Masse après séchage 23 h:		Masse après séchage 26 h:		Masse après séchage 30 h:		Masse après séchage 95 h:		Masse après séchage 119 h:		Masse après séchage 143 h:		Sec 45°C
	hum.	% hum.	hum.	% hum.	hum.	% hum.	hum.	% hum.	hum.	% hum.	hum.	% hum.	hum.	% hum.	hum.	% hum.	hum.	% hum.	hum.	% hum.	hum.	% hum.	
C1	144.15	14.2	143.76	13.9	143.53	13.7	143.04	13.3	142.55	12.9	138.92	10.1	138.19	9.5	137.25	8.7	131.72	4.4	131.27	4.0	130.91	3.7	126.21
C2	145.90	13.8	145.56	13.5	145.33	13.4	144.89	13.0	144.47	12.7	141.30	10.2	140.66	9.7	139.81	9.1	134.01	4.5	133.57	4.2	133.21	3.9	128.20
C3	144.84	13.8	144.54	13.6	144.31	13.4	143.92	13.1	143.53	12.8	140.66	10.6	140.05	10.1	139.29	9.5	133.08	4.6	132.71	4.3	132.41	4.1	127.23
C4	142.76	13.2	142.46	13.0	142.25	12.8	141.88	12.5	141.48	12.2	138.65	10.0	138.07	9.5	137.32	8.9	131.61	4.4	131.17	4.0	130.82	3.8	126.07
C5	143.30	14.0	143.02	13.8	142.82	13.6	142.43	13.3	142.05	13.0	139.18	10.7	138.61	10.3	137.84	9.6	131.48	4.6	130.97	4.2	130.60	3.9	125.71
C6	144.26	13.1	143.92	12.8	143.71	12.7	143.26	12.3	142.83	12.0	139.59	9.4	138.93	8.9	138.06	8.2	132.88	4.2	132.50	3.9	132.19	3.6	127.55
Moyenne	13.7	13.4	13.3	12.9	12.9	12.6	12.6	12.6	12.6	12.6	12.6	10.2	9.7	9.7	9.0	8.2	4.4	4.1	4.1	4.1	4.1	3.8	3.8
Min	13.1	12.7	12.7	12.5	12.5	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	9.4	8.9	8.9	8.2	7.4	4.2	3.9	3.9	3.9	3.9	3.6	3.6
Max	14.2	13.9	13.7	13.3	13.3	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	10.7	10.3	10.3	9.6	8.6	4.6	4.3	4.3	4.3	4.3	4.1	4.1
Ecart type	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2

Graphique 422

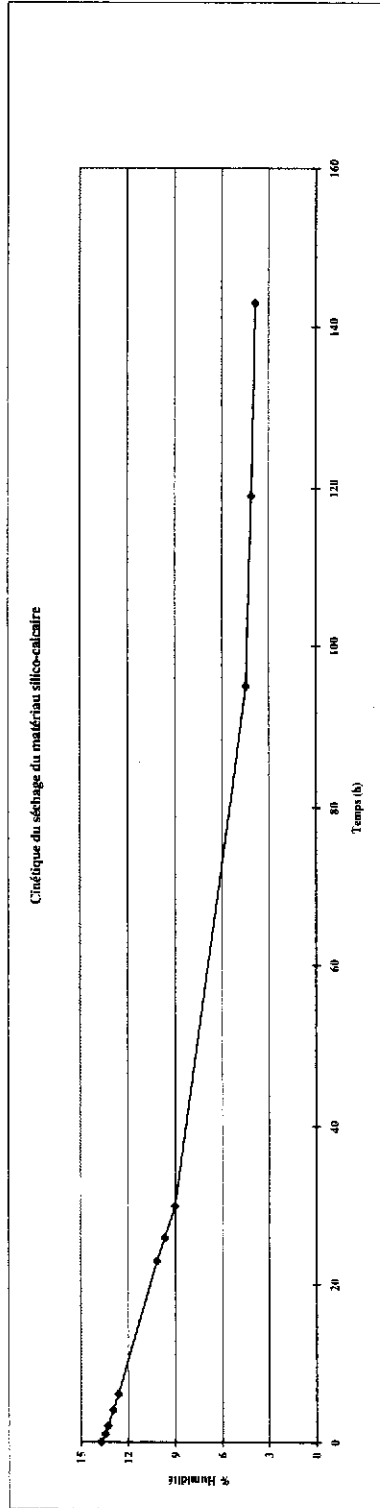


Tableau 4.2.1.1

produit	% d'humidité	quantité appliquée	pénétration mesurée
silane	3	474 g/m ²	>10 mm
silane	6	519 g/m ²	8 mm
silicone	3	487 g/m ²	2 mm
silicone	6	439 g/m ²	2 mm
siloxane aromatique	3	452 g/m ²	3 mm
siloxane aromatique	6	375 g/m ²	3 mm
siloxane aliphatique	3	388 g/m ²	4 mm
siloxane aliphatique	6	372 g/m ²	2 mm

Remarques:

Des deux matériaux silico-calcaire testés, la qualité "RCK" semble présenter les caractéristiques les plus favorables à l'étude des traitements d'hydrofugation.

Les quantités de produits appliquées sur ce support sont voisines de celles mises couramment en oeuvre en cas d'enduits et les profondeurs atteintes par les traitements sont dans tous les cas mesurables et atteignent, suivant les formulations, des profondeurs de plus de 10 mm.

Compte tenu de ces résultats, ce support "RCK" pourrait être retenu comme matériau représentatif des mortiers et enduits et comme support de référence standard.

5. Remarques générales concernant l'étude des supports d'essais de référence

Les résultats des essais de fabrication en laboratoire de supports hydrauliques de référence, sont mitigés. Car, s'il est aisé de fabriquer des matériaux de caractéristiques constantes, il est plus difficile d'obtenir des propriétés adaptées à l'étude des traitements d'hydrofugation et notamment en ce qui concerne les absorptions d'eau et les potentialités de pénétration des hydrofuges dans les structures porométriques. A titre indicatif les tableaux 5.1 et 5.2 ci-après reprennent les moyennes des principaux résultats obtenus sur les mortiers élaborés en laboratoire suivant la norme, respectivement à l'aide de sable normalisé et de sable de Mol M31.

Tableau 5.1. Résultats obtenus sur mortiers normalisés (EN 196-1)

Type de support	Abs. d'eau (Δ5-15min)	Saturation par capill.	Prof. des traitements en mm (quantités appliquées-g/m ²)			
			Silane	Silicone	siloxane ar.	siloxane aliph.
E/C=0,25	500 ml	13%	>10(2294)	>10(2280)	>10(2603)	>10(2800)
E/C=0,32	300 ml	9%	>10(1483)	>10(1469)	>10(1171)	>10(1019)
E/C=0,40	0,10 ml	6%	3(259)	<0,5(266)	<0,5(239)	<0,5(265)
E/C=0,50	0,06 ml	11%	<0,5(31)	<0,5(31)	<0,5(31)	<0,5(16)
E/C=0,60	0,17 ml	8,6%	4(159)	<0,5(134)	<0,5(141)	<0,5(144)
E/C=0,70	0,21 ml	8,8%	5(169)	0,5(144)	<0,5(147)	0,5(184)

Tableau 5.2. Résultats obtenus sur mortiers EN 196-1, avec sable M31

Type de support	Abs. d'eau ($\Delta 5-15\text{min}$)	Saturation par capill.	Prof. des traitements en mm (quantités appliquées-g/m ²)			
			Silane	Silicone	siloxane ar.	siloxane aliph.
E/C=0,50	0,70 ml	8,8%	3(219)	<0,5(250)	<0,5(282)	<0,5(219)
E/C=0,30	480 ml	13%	>10(1953)	>10(2088)	>10(1838)	>10(1662)

Ces résultats montrent, pour les mélanges élaborés suivant la norme avec du sable normal ou du sable de granulométrie plus raide de type M.31, des compacités élevées peu compatibles avec l'étude des traitements d'hydrofugation. La réduction du facteur E/C de ces mélanges entraîne une compacité encore accrue pour des valeurs de 0,40 et, à partir d'un E/C de 0,30, on obtient des matériaux à structure exagérément ouverte, pour lesquels il est très difficile de dominer la mise en oeuvre (mélanges très secs, difficiles à compacter dans les moules). Le fait d'augmenter les facteurs E/C permet une mise en oeuvre nettement plus aisée et reproductible des mélanges (jusqu'à un max. de 0,70) et offre des matériaux susceptibles d'être hydrofugés de manière semblable à des bétons de compacité moyenne (profondeurs de traitement de quelques mm pour les silanes et inférieure à 0,5 mm pour les produits à plus hauts poids moléculaires).

En ce qui concerne les supports "hydrauliques" fabriqués industriellement, on note parmi les matériaux silico-calcaires étudiés, un type de bloc susceptible d'être retenu comme représentatif des enduits et mortiers (bloc de type RCK). Notons que les résultats sur les matériaux silico-calcaires fabriqués industriellement montrent une bonne constance dans et entre blocs d'un même type, par contre une dispersion très importante en fonction des usines et des types de blocs au sein d'une même unité de fabrication. Il est donc nécessaire, à la commande des blocs destinés aux essais, de parfaitement spécifier le matériau (type et courbe porométrique) que l'on désire obtenir. Cette précaution ne dispense pas de devoir caractériser et contrôler (voir chapitre 4) chaque lot de blocs, comme chaque fourniture de tous les autres supports d'essais (briques, pierres naturelles, mortiers fabriqués en labo.). Pour être complet remarquons également sur base des résultats d'essais que l'influence de l'humidité des supports au moment des traitements (dans les limites des 3 et 6 % retenus) ne semble pas jouer un rôle fondamental sur les quantités mises en oeuvre et les profondeurs de pénétration des produits

SSTC - TRAITEMENTS HYDROFUGES

CSTC

APPROCHE COMPLEMENTAIRE DE L'HOMOGENEITE DU MATERIAU SILICO-CALCAIRE

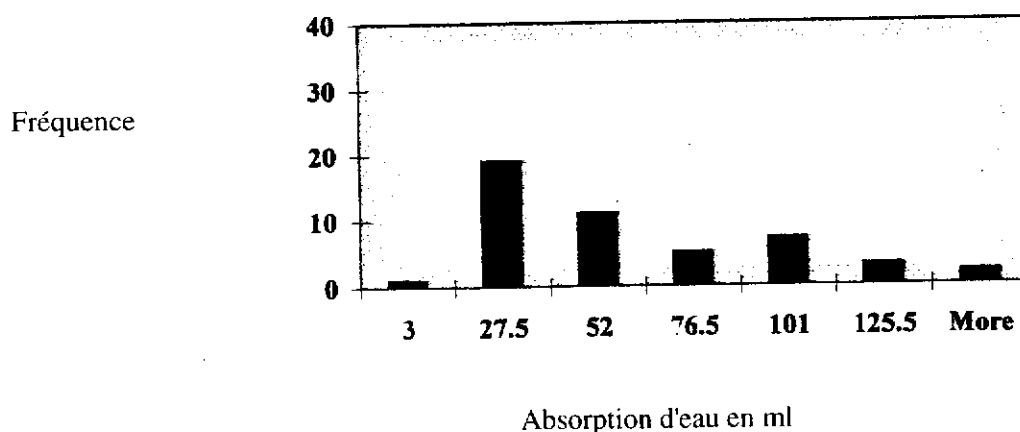
1. OBJECTIF - RAPPEL

Pour rappel, le matériau silico-calcaire, bien que très peu rencontré en façade, a été retenu comme support standard de référence. Ceci compte tenu de sa porosité importante, de sa répartition porométrique représentative des matériaux utilisés en façades (briques, pierres naturelles, ...) et surtout de la possibilité de trouver aisément ce type de support fabriqué industriellement.

Les essais, décrits en annexe 5, avaient permis de sélectionner parmi les très nombreux fabricants européens et les différentes qualités de blocs silico-calcaires disponibles, le matériau le plus apte à servir de support aux essais hydrofuges (blocs "RCK").

La campagne d'essais sur les différents supports, et à l'aide des principales familles de produits hydrofuges, a mis en évidence, pour tous les matériaux et malheureusement aussi pour les "silico-calcaires", une dispersion non négligeable des absorptions d'eau superficielle des surfaces avant traitement. Cette dispersion (voir graphique récapitulatif ci-après), tout à fait attendue et explicable pour les pierres naturelles et éventuellement les briques de terre cuite, l'est beaucoup moins pour le matériau silico-calcaire.

Dispersion des mesures d'absorption d'eau "basse pression" à la pipe en verre



Cette dispersion des résultats nous a amenés à une série d'essais complémentaires de caractérisation de la porosité des blocs.

2. PARAMETRES DES ESSAIS

- La porosité et sa répartition ont été identifiées au porosimètre à mercure "Micromeritics".
- Cinq échantillons ont été prélevés dans un même bloc; ils sont identifiés sous les références 114 à 118.
- Quatre éprouvettes complémentaires ont été prélevées de blocs différents, sélectionnés au hasard dans une palette de blocs; ils sont identifiés sous les références 119 à 122.

3. RESULTATS DES ESSAIS

Les valeurs de porosité et de masse volumique sont résumées au tableau ci-après et les répartitions des pores sont traduites aux graphiques en pages suivantes.

Echantillons		Masse volumique (g/cm ³)	Porosité totale en volume
114	}	1,83	28,3 %
115	}	1,83	29,0 %
116	} même bloc	1,84	28,2 %
117	}	1,83	28,6 %
118	}	1,84	28,0 %
Moyenne		1,83	28,4 %
119	}	1,88	26,7 %
120	} blocs	1,80	29,6 %
121	} différents	1,88	26,7 %
122	}	1,83	28,8 %
Moyenne		1,85	28,0 %

Matériau silico-calcaire - Répartition porométrique

Echantillons n° 114 à 118 issus d'un même bloc

Micromeritics Instrument Corp

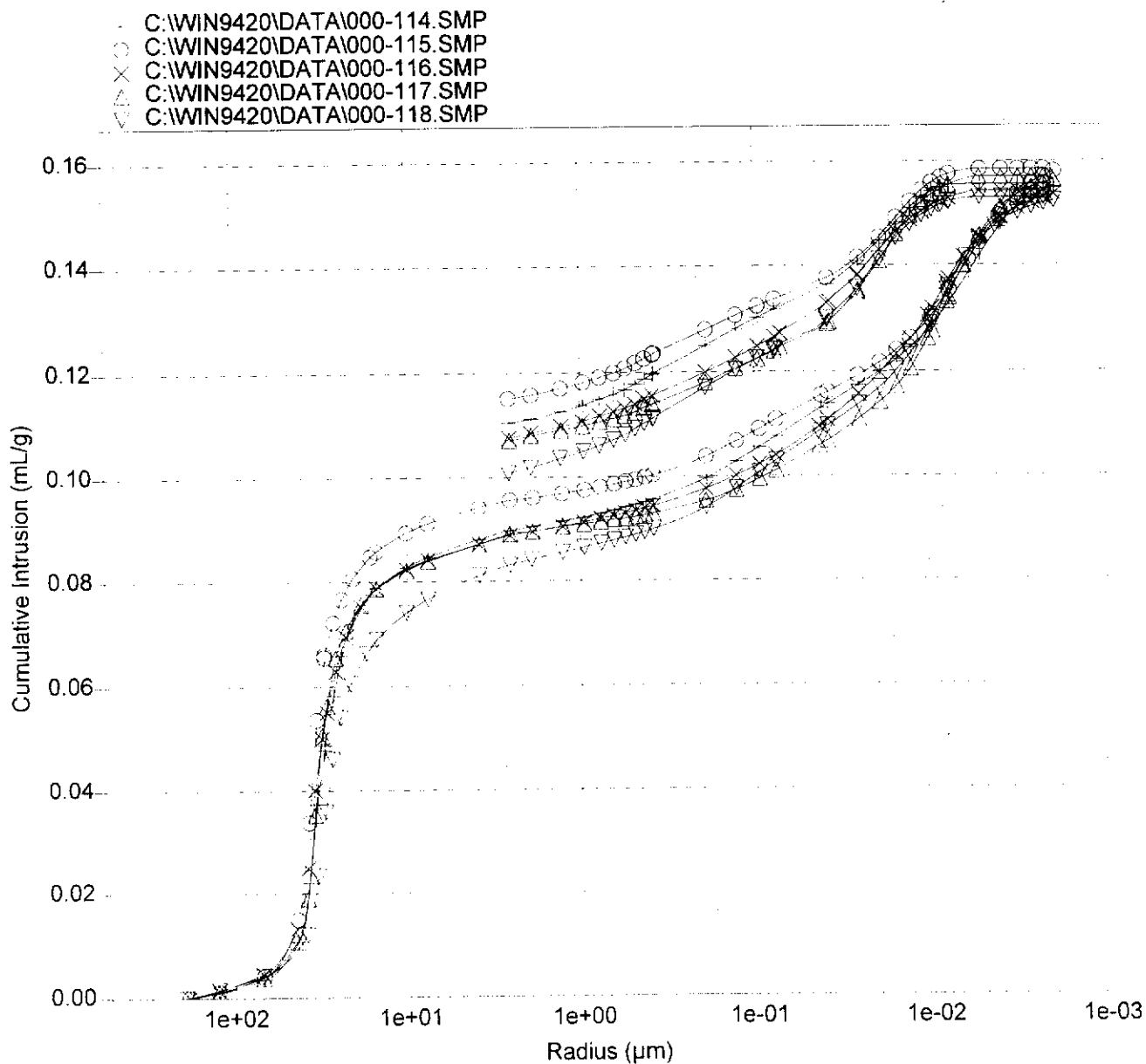
WIN9400 Series
V1.02

Unit 101

Port 2/1

Sample: SILICAATSTEEN HYDROF. 1
Operator:
Submitter:
File: C:\WIN9420\DATA\000-114.SMPLP Analysis Time: 08/07/98 09:45:19
HP Analysis Time: 08/07/98 11:33:51
Report Time: 14/07/98 13:41:26Sample Weight: 3.7628 g
Correction Type: None
Show Neg. Int: No

Cumulative Intrusion vs Radius



Matériau silico-calcaire - Répartition porométrique

Echantillons n° 119 à 122 issus de blocs différents d'une même palette de livraison

Micromeritics Instrument Corp

WIN9400 Series
V1.02

Unit 101

Port 3/2

Sample: SILICAATSTEEN HYDROF. A
Operator:
Submitter:
File: C:\WIN9420\DATA\000-119.SMP

LP Analysis Time: 10/07/98 10:13:02

Sample Weight: 3.7406 g

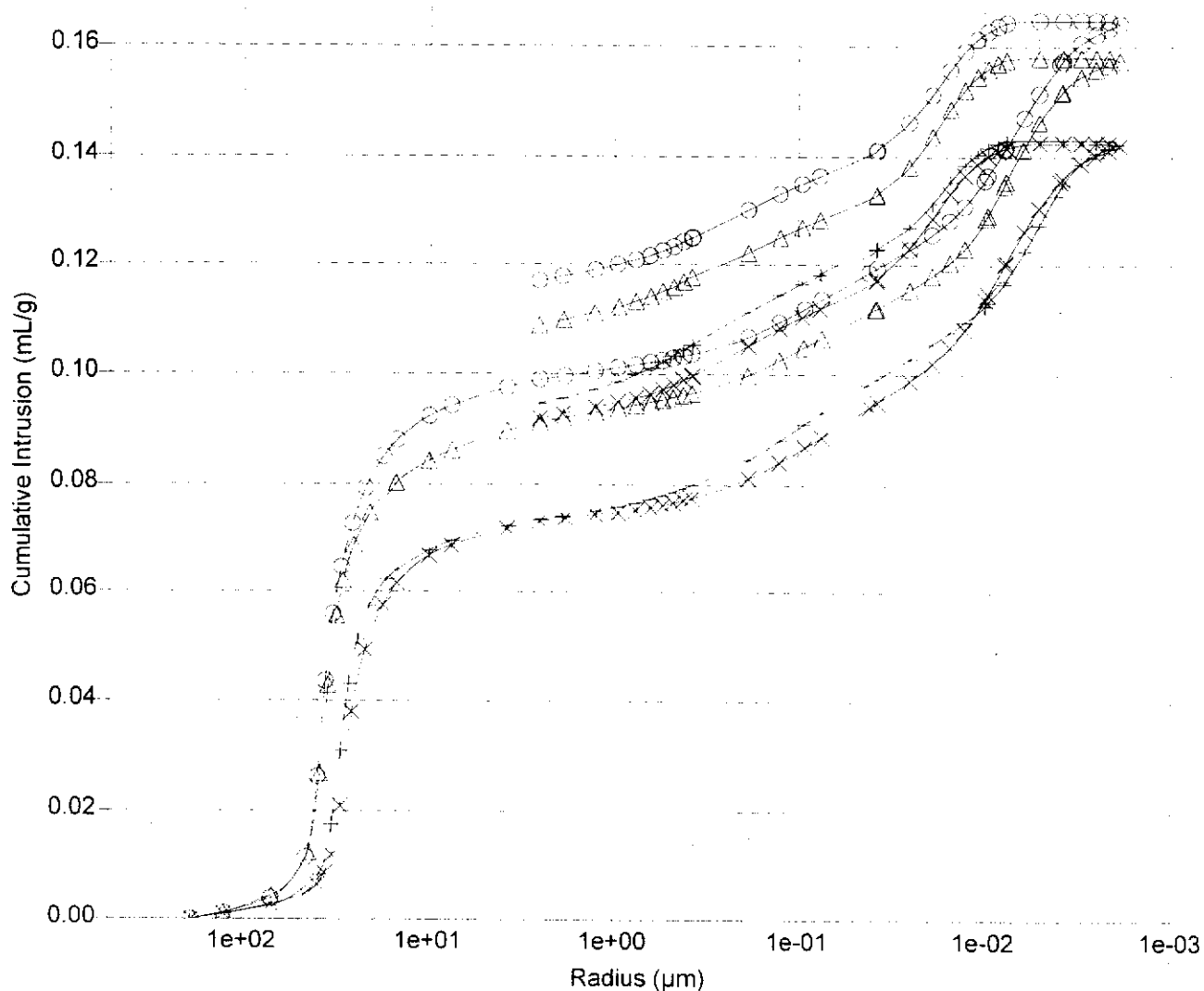
HP Analysis Time: 10/07/98 12:02:38

Correction Type: None

Report Time: 14/07/98 13:42:45

Show Neg. Int: No

Cumulative Intrusion vs Radius

- C:\WIN9420\DATA\000-119.SMP
○ C:\WIN9420\DATA\000-120.SMP
× C:\WIN9420\DATA\000-121.SMP
△ C:\WIN9420\DATA\000-122.SMP

4. REMARQUES

Si au niveau d'un même bloc, les écarts des masses volumiques et de porosité sont faibles (< 4 %), il n'en va pas de même dans un même lot de fabrication (même palette) où les écarts peuvent atteindre, et même dépasser, les 5 %.

Les écarts observés ne semblent pas liés à des différences dans la répartition des pores mais affectent principalement la quantité de pores comprise entre 40 et 60 microns. Ces variations sembleraient donc principalement liées au dosage et/ou au malaxage de la fraction sableuse lors de la fabrication.

Les écarts étant liés à un procédé de fabrication déjà fort sophistiqué, il est peu probable que l'on puisse sensiblement y remédier dans l'optique des contraintes technico-économiques industrielles.

Il semble donc plus réaliste, dans un premier temps, de considérer la dispersion du matériau silico-calcaire comme inévitable et examiner dans le futur, les possibilités de fabrication spéciale (avec contrôles et dosages plus précis) de lots destinés aux laboratoires d'essais.

**Doeltreffendheid en duurzaamheid
van hydrofobeermiddelen**

Wetenschappelijk ondersteuningsprogramma
voor de normalisatie

deel II

Eindverslag

Federale Diensten voor
WETENSCHAPPELIJKE, TECHNISCHE
EN CULTURELE AANGELEGENHEDEN

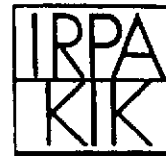
No 1017



WETENSCHAPPELIJK EN TECHNISCH CENTRUM
VOOR HET BOUWBEDRIJF (WTCB)

INRICHTING ERKEND BIJ TOEPASSING VAN DE BESLUITWET VAN 30 JANUARI 1947

KONINKLIJK INSTITUUT VOOR
HET KUNSTPATRIMONIUM



FEDERALE DIENSTEN VOOR WETENSCHAPPELIJKE,
TECHNISCHE EN CULTURELE AANGELEGENHEDEN

Onderzoek DWTC – Voorstel tot prenormatief document

Wetenschappelijk ondersteuningsprogramma voor de nationale en Europese
normalisatie (deel II)

Doeltreffendheid en duurzaamheid van hydrofobeermiddelen

Onderzoekperiode 01.09.1996 - 31.08.1998

EINDVERSLAG

Inhoud:

- 1. Inleiding**
- 2. Methodologie**
- 3. Voorstelling van het verslag**
- 4. Besluiten en aanbevelingen**
- 5. Syntheseverslag – Prenormatief voorstel**
- 6. Bijlagen**

Contract DWTC/WTCB NO/D2/017

DWTC/KIK NO/39/017

Oktober 1998

- Programmaleider: F. Monteny*
- Promotor: J. Venstermans*
- Copromotor: E. De Witte*
- Verslaggevers: R. De Bruyn, H. De Clercq, E. De Witte, A. Pien*

1. INLEIDING:

Water en verwerking van materialen:

- Verwerking van materialen vindt plaats zowel bij prestigieuze en beschermde monumenten als bij het gewone patrimonium. In praktisch alle gevallen heeft verwerking te maken met infiltratie van water die o.a. met zich meebrengt: vorst, oplossing van bindmiddel, migratie en kristallisatie van zouten, aantasting door zure regen, biologische ontwikkeling, vervuiling,...

Vochtwerende producten, situatie in België:

- Ten einde de schade te beperken heeft men de laatste decennia vochtwerende producten op de markt gebracht die de penetratie van regen in bouwmaterialen beperken zonder gevoelig het uitzicht en de waterdampdoorlaatbaarheid te veranderen.
- Het onmiskenbare nut van deze producten en hun duurzaamheid hebben een groeiende vraag teweeggebracht. Het aanbod van de chemische industrie werd daarbij vertaald in een grote hoeveelheid producten (meer dan 200 verschillende in ons land!). Deze veelheid van producten, gekoppeld aan een gebrek aan voorschriften en normen op dit vlak, hebben in de praktijk vele vragen met zich gebracht, aangezien de technische fiches van de fabrikanten soms minder bruikbare informatie vermelden en dat proefverslagen zeer zeldzaam en moeilijk onderling vergelijkbaar waren.
- Gezien deze situatie hebben de laboratoria van het WTCB en het KIK reeds gedurende vele jaren een proefprocedure ontwikkeld die heeft toegelaten om een honderdtal gecommmercialiseerde producten te testen en vergelijkbare verslagen op te stellen. Op basis van deze ervaring en de evolutie op de markt naar nieuwe producten zonder oplosmiddelen is het opportuun gebleken om deze proefprocedure te herzien, aan te passen aan de nieuwe samenstellingen en de doeltreffendheid en de betrouwbaarheid ervan te verhogen.

Internationale situatie:

- Op internationaal niveau kan een gelijkaardige vaststelling worden gemaakt, of het nu de vraag naar producten betreft ten einde de duurzaamheid van gevelmaterialen te verbeteren, de veelheid van de voorgestelde samenstellingen of het gebrek aan proefprocedures en/of genormaliseerde doeltreffendheidscriteria. Buiten de moeilijkheden die dit met zich brengt t.a.v. de keuze van de producten voor de gebruikers, belemmeren deze lacunes de R&D-werkzaamheden van de multinationals die de moederharsen vervaardigen en de commercialisatie van hun producten in de verschillende landen.
- Deze situatie kan nog verergeren in de zin dat bij gebrek aan voorschriften de verschillende gespecialiseerde Europese normalisatiecommissies (TC104 – Concrete, TC125 – Masonry, TC246 – Natural Stone, ...) ieder apart in dit domein gaan investeren om te komen tot verschillende specifieke procedures voor ieder materiaal en fundamenteel verschillend van elkaar.
- Er bestaat dus een dringende noodzaak om dit onderwerp globaal te benaderen. Daarom zullen de laboratoria van het WTCB en het KIK deelnemen aan een

programma 'Standards, Measurements and Testing' van de DGXII, recent geïntroduceerd en aanvaard door de EG. Dit programma groepeert de 7 meest betrokken Europese onderzoekslaboratoria en 4 multinationals die moederharsen produceren. Het start op 1 november 1998 voor een duur van 3 jaren. Het streeft naar de definitie van een gestandaardiseerde proefprocedure die door alle partijen kan worden aanvaard met gelijkaardige proeven en verslagen die in de verschillende landen geldig zijn. Dit is dus een ideale mogelijkheid om de werkzaamheden van België op dat vlak te valoriseren en om de voorgestelde proefvoorschriften en doeltreffendheidscriteria te veralgemenen.

2. METHODOLOGIE:

De gevolgde benadering werd gedefinieerd en de resultaten onderzocht in de begeleidingsgroep tijdens de volgende vergaderingen:

- 19.09.1996 - zie verslag 96-2
 - 10.12.1996 - zie werkdocument 96-3 en verslag 96-4
 - 11.03.1997 - zie werkdocument 96-5
- zie verslag KIK 9704
 - 27.05.1997 - zie werkdocument 97-1
- zie verslag 97/2
 - 09.09.1997 - zie werkdocument 97-3, voorstel van vorderingsverslag van het eerste jaar
 - 18.11.1997 - zie verslag 97-4
zie werkdocument DWTC-KIK 9705/2 en 9706
 - 10.02.1998 - zie verslag 98/3
 - 23.04.1998 - zie verslag 98/4
 - 17.06.1998 - zie verslag 98/5
 - 06.09.1998 en 25.09.1998 - zie eindverslag
- Zij is gebaseerd op de gezamenlijke ervaring van meer dan twintig jaar van de laboratoria van het WTCB en het KIK in het domein van de vochtwerende producten en van de proefmethoden evenals op de competentie en de praktische ervaring van de ontwerpers, de uitvoerders en de fabrikanten van dit type product in België en het buitenland.
 - De uitwerking van het normvoorstel werd voorafgegaan door een internationaal overzicht van beschikbare gegevens over dit onderwerp; via een bibliografische studie voor de vochtwerende producten in het algemeen of via directe contacten met de Europese onderzoekslaboratoria voor de proefmethodologie in het bijzonder.
 - Tijdens de discussies in de begeleidingscommissie werden, voor de punten waar lacunes bestonden, waar er twijfel was of een verschil in mening, proefcampagnes opgezet en werden de resultaten besproken voor het werd opgenomen in het prenormatief voorstel.
 - De weerhouden proefparameters houden rekening met de onmiddellijke praktijk en houden de procedures zo beperkt en eenvoudig mogelijk ten einde de methode

en de hiermee samenhangende kosten te verlichten, in overeenstemming met de vraag van de markt. Dit heeft er helaas toe geleid dat sommige proefmonsters of testen uitgesloten werden, doch er werd vanuit gegaan dat men beter een eenvoudige maar mogelijk nog te verfijnen procedure kan opstellen dan een volledige benadering met een beperkt nut gezien de omslachtingheid.

3. VOORSTELLING VAN HET VERSLAG:

Onafhankelijk van de algemene inhoudstafel die voorgesteld werd in het begin van dit document, kan dit verslag opgedeeld worden in 3 te onderscheiden delen:

- het eerste beschrijvende deel, dat deze eerste 4 punten herneemt;
- het tweede deel, met punt 5, dat overeenkomt met het normvoorstel, m.a.w. de synthese van het verwezenlijkte onderzoek;
- het derde deel tenslotte dat de details herneemt van alle ondernomen acties om te komen tot de keuze van de parameters, de definitie van de procedure en de opstelling van het voorstel. Dit derde meer volumineuze deel bestaat uit een aantal specifieke bijlagen voor ieder onderdeel.

4. BESLUITEN EN AANBEVELINGEN:

Het prenormatief voorstel is gebaseerd op de meest recente internationale gegevens, de actuele producten, de ervaring van meer dan 20 jaar op de bouwplaats en in het laboratorium, evenals de resultaten van talloze bijkomende proeven in het kader van deze studie. We moeten er echter van overtuigd zijn dat al deze gegevens wel toegelaten hebben om de proefparameters en de prestaties beter te oriënteren, maar niet alle onbekendheden en onzekerheden hebben weggewerkt. Het voorgestelde document is onderworpen aan evolutie in functie van nieuwe kennis en de ontwikkeling van nieuwe producten.

Het voorstel mag ook niet worden beschouwd als een repertorium van alle mogelijke en voorstelbare testen op vochtwerende producten, maar als een praktische werkbasis voor een onderzoek van de belangrijkste prestaties van deze producten. Wij hebben ons vrijwillig beperkt in de keuze van parameters ten einde de procedure niet te ingewikkeld te maken en te vermijden dat ze weinig praktisch tot onuitvoerbaar zou zijn gezien haar omslachtingheid.

In een nabije toekomst en meer precies in het begin van de maand november 1998, zal deze proefprocedure voorgesteld worden als werkdocument in het kader van een Europees onderzoek 'SMT'. Dit is een ideale gelegenheid om tot een Europees normvoorstel te komen en onrechtstreeks een mogelijkheid om dit document snel op nationaal en internationaal niveau te optimaliseren.

Een van de toekomstige prioriteiten bestaat uit het voorleggen van dit voorstel aan de gespecialiseerde Europese werkgroepen voor de belangrijkste bouwmaterialen (beton, gevelmetselwerk, natuursteen, ...) ten einde hun aandacht te trekken op het bestaan van dit document, hun adviezen en opmerkingen op de tekst te ontvangen en hun standpunt te kennen tegenover het gebruik van de voorgestelde methodologie als basis voor het opstellen van voorschriften die eigen zijn aan hun domein.

5. SYNTHESEVERSLAG – PRENORMATIEF VOORSTEL

VOCHTWERENDE OPPERVLAKTEBEHANDELINGEN

Inhoudstafel:

0. Inleiding.....	6
1. Hydrofobeermiddelen, definitie, werking en betrokken producten	7
2. Monstername, identificatie en controle van de producten.....	8
3. Keuze van de dragermaterialen	11
4. Identificatie van de dragermaterialen	12
5. Proefstukken, afmetingen en aantal.....	15
6. Karakterisering en conditionering van de monsters vóór behandeling.....	16
7. Aanbrengen van de hydrofobeermiddelen	17
8. Conditionering van de monsters na de behandeling	18
9. Meting van de doeltreffendheid van de behandeling.....	19
10. Beoordeling van de duurzaamheid van de behandelingen.....	21
11. Identificatie van de neveneffecten	22
12. Voorstel van prestatieklassen	25

Voorstel uitgewerkt door de laboratoria van het WTCB en het KIK

Contract DWTC/WTCB NO/D2/017 – 01.09.1996 tot 31.08.1998

DWTC/KIK NO/39/017 – 01.09.1996 tot 31.08.1998

0. Inleiding

Voorliggend werk is mogelijk gemaakt dank zij de steun van de Diensten van de Eerste Minister, Wetenschappelijke, Technische en Culturele aangelegenheden (DWTC).

Dit voorstel van proefmethodologie met betrekking tot hydrofobeermiddelen werd uitgewerkt door de laboratoria van het WTCB en het KIK, op basis van:

- de ervaring van de twee laboratoria in het opstellen van technische adviezen over het onderwerp;
- industriële contacten en discussies in de werkgroep;
- een internationale, bibliografische benadering;
- een studie van de verschillende proefprocedures die bestaan in Europa;
- de resultaten van specifieke onderzoeksactiviteiten in het laboratorium.

We vestigen er de aandacht op dat de eigenschappen die in dit document besproken worden (doeltreffendheid, duurzaamheid en neveneffecten op het uitzicht en op de hydrische eigenschappen) geen betrekking hebben op eventuele bijkomende eigenschappen, zoals bijvoorbeeld het effect op de vervuiling, op biologische aantasting, ... die beïnvloed worden door factoren onafhankelijk van de kwaliteit van de behandelingen (materialen die al dan niet aangetast zijn, omgeving, meteorologische omstandigheden, ...).

1. Hydrofobeermiddelen, definitie, werking en betrokken producten

Definitie: In dit document geldt de term 'hydrofobeermiddelen' voor producten die gebruikt worden om het indringen van water in poreuze bouwmaterialen te beperken zonder het uitzicht of het drooggedrag noemenswaardig te beïnvloeden.

Betrokken producten: De producten die hiervoor op dit ogenblik het meest gebruikt worden, worden bekomen door verdunning, in organische oplosmiddelen of in water, van actieve stoffen van het type:

- silanen (monomere siliconen);
- siloxanen (oligomere siliconen);
- kalium- of natriumsiliconaten;
- aluminiumstearaten;
- gefluoreerde copolymeren;

Het merendeel van de producten wordt bekomen door eenvoudige verdunning van een moederoplossing, andere bestaan uit mengsels van twee of meer van bovengenoemde producten, met of zonder toevoeging van hulpstoffen om specifieke kenmerken te bekomen (scheuroverbruggende hulpstoffen, parelende hulpstoffen, biociden, ...).

In het kader van de procedure werd er beslist niet uit te gaan van een beperkende keuze op basis van samenstelling. De overeenkomstigheid of niet met de definitie van hydrofobeermiddel zal gedefinieerd worden op basis van het geheel der gemeten eigenschappen en de conformiteit met de opgestelde prestaties.

Wij vestigen er de aandacht op dat het merendeel van de hydrofobeermiddelen die op gevels aangebracht worden, voor een groot gedeelte bestaan uit verdunningsmiddelen, waarvan de eigenschappen op een niet te onderschatten wijze het aanbrengen, de aanvankelijke doeltreffendheid, de duurzaamheid en de neveneffecten van de behandeling kunnen beïnvloeden.

2. Monstername, identificatie en controle van de producten

Monstername

Zoals weergegeven in punt 1 bestaat het merendeel van de gecommmercialiseerde vochtwerende producten uit reactieve verbindingen die verdund zijn in aangepaste verdunningsmiddelen. Deze producten kunnen eventueel katalysatoren bevatten die in aanwezigheid van water of waterdamp de polymerisatie bevorderen die fundamenteel de concentratie en hun initiële eigenschappen veranderen.

Ten einde een kwaliteitscontrole te kunnen realiseren is het belangrijk een monsternameprocedure te voorzien die iedere vrijwillige of onvrijwillige verandering van de oplossing uitsluit; hetzij tijdens de monstername bij de fabrikant zelf, in de detailhandel of op de bouwplaats, bij het transport naar het analyselaboratorium of tijdens de opslag in het laboratorium.

De monstername zal dus op een danige wijze uitgevoerd worden dat er tussen het ogenblik van de lichteing en de analyse geen wijziging in de chemische samenstelling kan optreden.

Daartoe worden in het laboratorium penicilineflessen van een aangepaste inhoud (150 ml) bij 105 °C gedroogd tot constant gewicht. Na afkoelen in een exsiccator, voorzien van een droogmiddel, worden ze afgesloten met een teflon stop. Op de plaats van de monstername worden per product 2 flessen gevuld. Hierbij wordt gebruik gemaakt van een perfect droge pipet of trechter. Na vullen van de flessen worden deze onmiddellijk afgesloten met een teflon stop en wordt het geheel verzegeld met een aluminium capsule. Beide flessen worden gemerkt met : naam van het product, batchnummer, datum van monstername, identificatie van de persoon die het monster gelicht heeft. Eén fles wordt zo vlug mogelijk naar het laboratorium overgebracht voor analyse, de andere wordt in een verzegelde omslag bewaard door de fabrikant voor een eventuele tegenexpertise.

Identificatie:

Het analyseprotocol omvat de volgende fases:

- Bepaling van het gehalte droge stof via gravimetrie:

0.5 g product wordt afgewogen in een aluminiumschuitje en bewaard bij 20 °C en 55 % RV. Op geregelde tijdstippen wordt het schuitje gewogen (nauwkeurigheid 0.001 g). Wanneer een constante massa bereikt wordt (verschil < 0.01 g tussen twee metingen met een interval van 24 h) kan uit het massaverlies het gehalte droge stof berekend worden.

Indien het actief bestanddeel grotendeels verdampt of indien na maximum 1 week zich nog geen vaste stof gevormd heeft, wordt de proef herhaald. Het aluminiumschuitje wordt dan wel op voorhand gevuld met 5 g gemalen, gedroogd dragermateriaal. Voor dit laatste wordt een materiaal gekozen dat identiek is aan

de ondergrond waarop het product zal getest worden. Vervolgens wordt dezelfde procedure gevolgd als hierboven beschreven.

Het resultaat wordt uitgedrukt in massa-% t.o.v. de oorspronkelijke hoeveelheid afgewogen vloeistof.

Het is belangrijk op te merken dat de hoeveelheid **droge** stof verschillend is van het percentage **actieve** stof die meer door de fabrikanten wordt gebruikt. Omzettingcoëfficiënten zijn gepubliceerd door de fabrikanten van moederharsen.

- Bepaling van de aard van de actieve stof door XRF (X-Ray Fluorescence):

Een kleine hoeveelheid droge stof, afkomstig van de voornoemde bepaling van de droge stof, wordt geanalyseerd met X-stralenfluorescentie (XRF). In dit stadium wordt de aard van de aanwezige metalen in het product geanalyseerd (Si, Al, Sn, ...).

De aanwezigheid van silicium wijst op siliconenverbindingen, aluminium wijst op aluminiumstearaat; de aanwezigheid van kleine hoeveelheden tin, titaan, lood of zink kan wijzen op de aanwezigheid van katalysatoren.

- Bepaling van de chemische samenstelling van het oplosmiddel en van de actieve stof door FTIR (Fourier Transformed InfraRed spectroscopy) en/of GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectroscopy):

De identificatie met FTIR is gebaseerd op de absorptie van infraroodstraling door moleculen. In het bekomen spectrum worden de absorptiesignalen gecorreleerd met de aanwezigheid van bepaalde chemische bindingen. Het patroon maakt de identificatie mogelijk van het oplosmiddel en van de actieve componenten.

De aangewende techniek van de vaste transmissie is de kaliumbromide (KBr)-techniek. Hiervoor wordt 0.25 g KBr samengeperst in een mal onder vacuüm bij een druk van 250 bar, waardoor een transparante pastille wordt bekomen. Hierop wordt een druppel vochtwerend product aangebracht, die op zijn beurt bedekt wordt met een KBr-pastille, waarna het geheel in het FTIR-toestel wordt geplaatst.

Voor de analyse van uitgehard vochtwerend product wordt 10 mg van dit laatste gemengd met 0.25 g KBr. Hiervan wordt een transparante pastille gemaakt zoals hierboven beschreven.

In beide gevallen wordt het spectrum opgenomen met 20 tot 100 scans in het gebied van 400 tot 4000 cm^{-1} .

De gaschromatografie - massaspectroscopie (GC-MS) laat de identificatie toe van vluchtige bestanddelen zoals oplosmiddelen, silaan- en oligomere siloxaanverbindingen. De techniek is gebaseerd op het scheiden van het mengsel in zijn componenten die elk afzonderlijk worden geïdentificeerd door massaspectroscopie.

- Bepaling van het gehalte aan reactieve groepen van silanen en siloxanen door titrimetrie:

Het gehalte aan reactieve groepen, dat gerelateerd kan worden van de lengte van de molecule, wordt bepaald door volumetrische titratie. Met deze techniek wordt informatie bekomen over de aard van de actieve componenten (silaan, oligomeer

of polymeer siloxaan) evenals een indicatie van de eventuele veroudering van het product.

Controle:

Na identificatie en bepaling van de doeltreffendheid van een vochtwerend product is het belangrijk om later, in geval van twijfel of geschil, op een relatief eenvoudige en korte tijd te kunnen nagaan of betreffend product identiek gebleven is met de initieel geteste samenstelling. Daarom werd een vereenvoudigde controletechniek op punt gesteld die uit volgende punten bestaat:

- de bepaling van het gehalte aan droge stof door gravimetrie;
- de bepaling van de chemische samenstelling van het oplosmiddel en de actieve stof door FTIR en/of GC-MS.

De gebruikte analysemethoden zijn in detail beschreven in de hiervoor geschreven paragraaf "Identificatie". Het belangrijkste verschil bevindt zich op het niveau van de interpretatie van de analyseresultaten die, in het geval van een controle, zich beperken tot een eenvoudige verificatie van de conformiteit van de producten door vergelijking van de resultaten voor het monster met het overeenkomstig referentieproduct.

3. Keuze van de dragermaterialen

Naargelang van de plaatselijke bouwwijzen en de lokale grondstoffen verschillen de voorkomende gevelmaterialen zeer sterk van land tot land en van streek tot streek. In het kader van een internationale benadering is het daarom wenselijk niet alleen enkele type-dragermaterialen te selecteren die representatief zijn voor de meest voorkomende gevelmaterialen, maar er ook een of ander standaardmateriaal aan toe te voegen dat gebruikt kan worden als referentie- en vergelijkingsmateriaal bij het analyseren van proefresultaten.

Rekening houdend met de huidige ervaring en de bestaande procedures kan men als **representatieve en hydrofobeerbare gevelmaterialen in België de volgende voorstellen:**

- 2 soorten witte kalksteen :
Massangis Roche Jaune
Savonnières demi-fine
- 1 baksteentype met hoog poriënvolume :
Terca (type Kempense, rode vormbaksteen)

De standaard dragermaterialen die als referentie moeten dienen op Europees niveau moeten in gezamenlijk overleg bepaald worden door de betrokken internationale milieus, rekening houdend met de volgende basiscriteria:

- een fysische en chemische compatibiliteit met de voorziene behandelingen;
- een uitstekende homogeniteit en gewaarborgde constante eigenschappen in de tijd, gebaseerd op een volledige en ondubbelzinnige beschrijving;
- gemakkelijk beschikbaar of te vervaardigen.

Rekening houdend met de resultaten verkregen uit de werkzaamheden van het onderzoek kan men in een eerste benadering weerhouden:

- een **mengsel, aangemaakt volgens de voorschriften van EN 196-1, met behulp van een CEM I-cement en een W/C-factor van 0.70 ± 0.02** . Het bekomen materiaal is representatief voor beton met een gemiddelde compactheid.
- een **industrieel vervaardigde kalkzandsteen**. Dit materiaal is representatief voor hydraulisch gebonden materialen met een vrij hoog poriënvolume, zoals pleister en mortel.

4. Identificatie van de dragermaterialen

De hieronder vermelde waarden zijn indicatief; zij komen overeen met de gemiddelde eigenschappen (van 6 monsters) van de ontvangen en geteste materialen in het kader van het prenormatief onderzoek. Zij kunnen onderhevig zijn aan eventuele veranderingen naargelang van de evolutie van de fabricatie voor gefabriceerde materialen, of van de exploitatie voor natuursteen.

4.1. Kalksteen Massangis Roche Jaune

Volumemassa:

$2170 \pm 50 \text{ kg/m}^3$

Totale porositeit onder vacuüm:

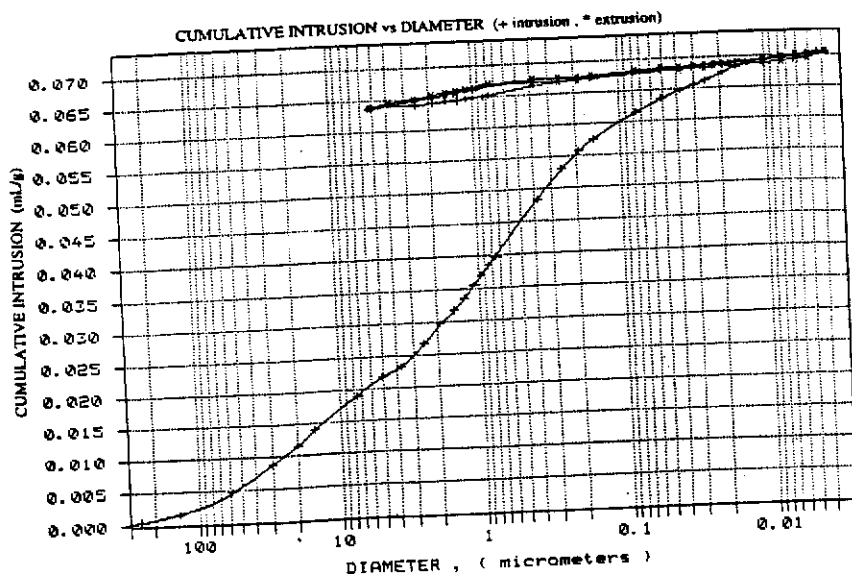
$20 \pm 4 \text{ vol.-%}$

Totale kwikporositeit:

$16 \pm 3 \text{ vol.-%}$

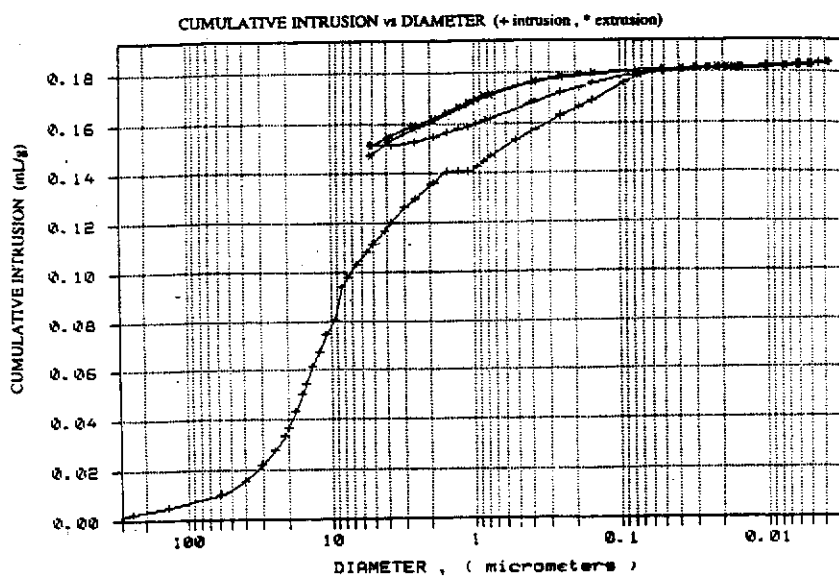
Poriënverdeling:

zie grafiek hiernaast



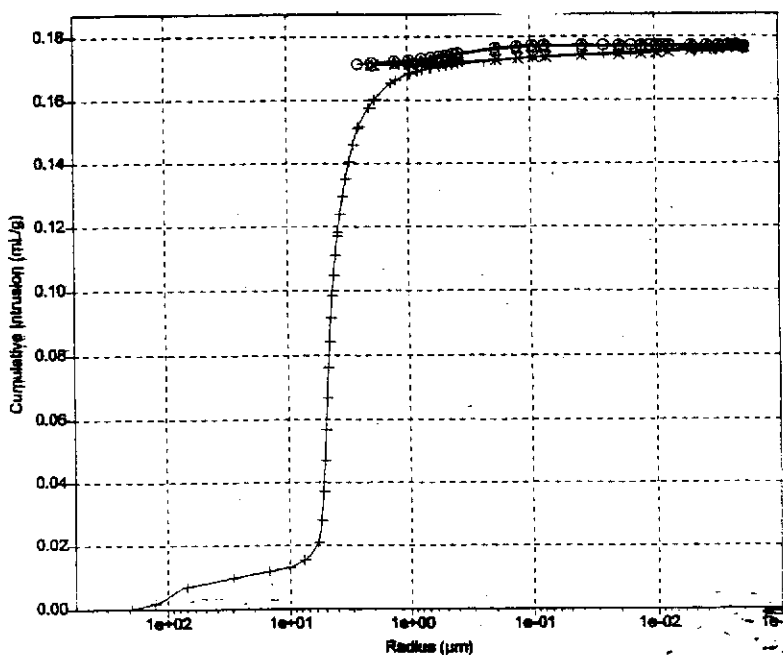
4.2. *Kalksteen Savonnières demi-fine*

Volumemassa:
 $1670 \pm 40 \text{ kg/m}^3$
 Totale porositeit onder vacuüm:
 $38 \pm 8 \text{ vol.-%}$
 Totale kwikporositeit:
 $34 \pm 7 \text{ vol.-%}$
 Poriënverdeling:
 zie grafiek hiernaast



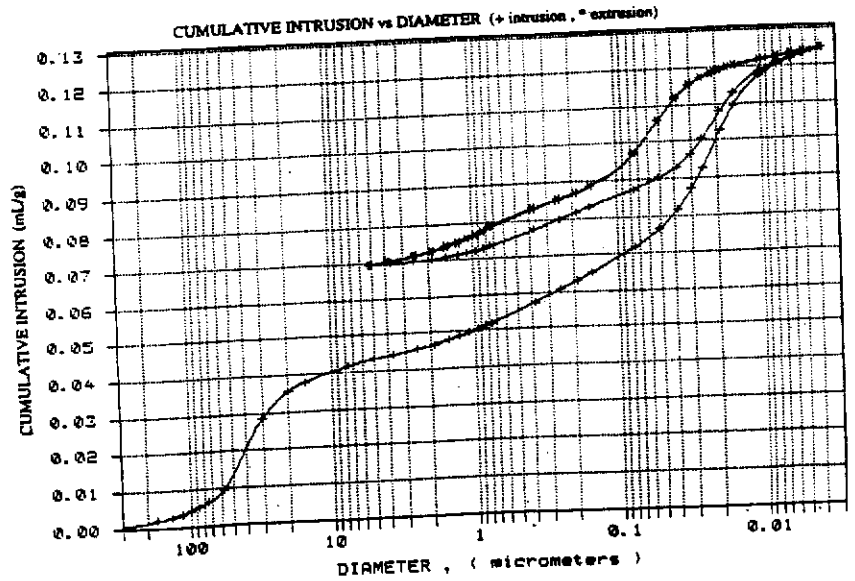
4.3. *Kempense rode vormbaksteen*

Volumemassa:
 $1820 \pm 50 \text{ kg/m}^3$
 Totale porositeit onder vacuüm:
 $30 \pm 5 \text{ vol.-%}$
 Totale kwikporositeit:
 $32 \pm 6 \text{ vol.-%}$
 Poriënverdeling:
 zie grafiek hiernaast



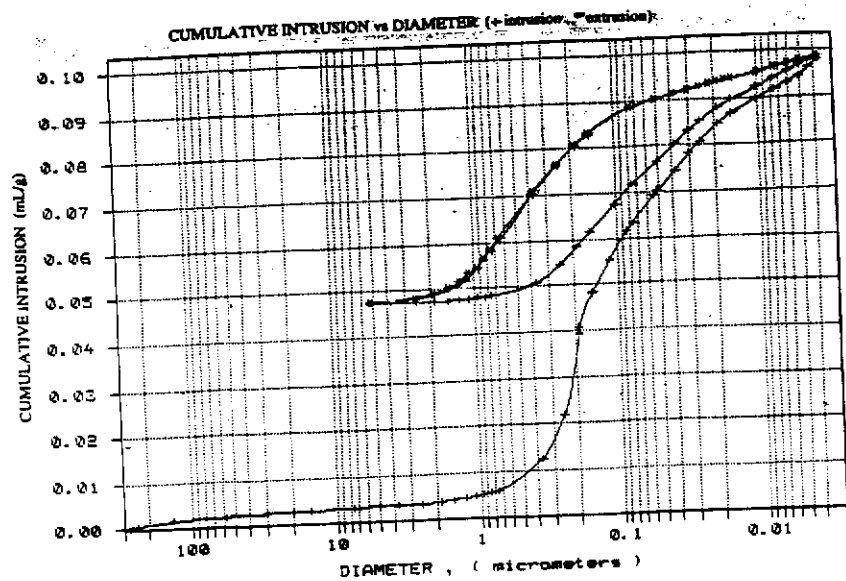
4.4. Kalkzandsteen

Volumemassa:
 $1930 \pm 50 \text{ kg/m}^3$
Totale porositeit onder vacuüm:
 $26 \pm 5 \text{ vol.-%}$
Totale kwikporositeit:
 $25 \pm 5 \text{ vol.-%}$
Poriënverdeling:
zie grafiek hiernaast



4.5. Hydraulisch gebonden materiaal (volgens EN 196-1, W/C-faktor = 0.70)

Volumemassa:
 $2100 \pm 50 \text{ kg/m}^3$
Totale porositeit onder vacuüm:
 $18 \pm 4 \text{ vol.-%}$
Totale kwikporositeit:
 $21 \pm 4 \text{ vol.-%}$
Poriënverdeling:
zie grafiek hiernaast



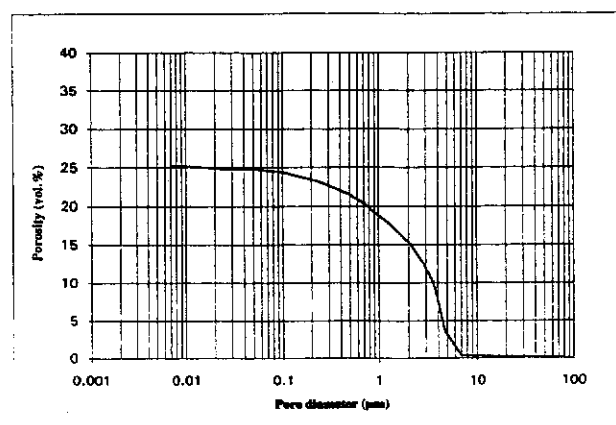
5. Proefstukken, afmetingen en aantal

Afmetingen en aantal van de proefstukken worden zodanig bepaald dat alle proeven, voorzien in de procedure, uitgevoerd kunnen worden, en zo mogelijk conform met bestaande voorschriften en/of normen. Tegelijk wordt ernaar gestreefd de bezetting van de proefposten te beperken, evenals het aantal proefstukken en bijgevolg de kostprijs.

Per getest product kan men weerhouden:

- ◆ Voor ieder van de 5 voornoemde materialen onder punt 4, twee proefstukken met een nuttig oppervlak van $150 \times 50 \text{ mm}^2$ en een dikte van 20 mm, voor de metingen van de waterabsorptie met de Karstenpijp vóór en na behandeling, tijdens en na de kustmatige verouderingsproeven (beide proefstukken worden onderworpen aan de kustmatige veroudering). Het proefoppervlak is het zichtvlak, waarop ook de producten aangebracht worden (baksteen en silikaatsteen). De in het laboratorium vervaardigde mortelproefstukken worden beproefd op de kistvlakken (zijvlakken);
- ◆ Voor de baksteen en de kalkzandsteen onder punt 4, twee kubische monsters van $50 \times 50 \times 50 \text{ mm}^3$ voor de bepaling van de capillaire absorptie en de droogsnelheid;
- ◆ Een proefstuk met een diameter van 80 mm en een dikte van 10 mm voor de bepaling van de waterdampdoorlaatbaarheid, vóór en na behandeling.

Aangezien het voor het merendeel van de weerhouden materialen niet mogelijk is een proefstuk met deze afmetingen te vervaardigen, werd gekozen voor een standaard baksteenschijfje, met een poriënverdeling zoals hiernaast weergegeven. Het te behandelen oppervlak is het zichtvlak van het plaatje.



Alle proefstukken worden verzaagd met een diamantzaag, met een precisie van $\pm 2 \text{ mm}$, afgespoeld met water en vervolgens gedroogd tot constante massa.

6. Karakterisering en conditionering van de monsters vóór behandeling

De karakterisering van de proefstukken verschilt van de identificatie van de materialen (punt 4) in die zin dat zij betrekking heeft op de prestaties die kunnen beïnvloed worden door de behandeling met hydrofobeermiddelen, namelijk : de waterabsorptie, het uitzicht, de droogsnelheid en de waterdampdoorlaatbaarheid.

Aangezien de invloed van de behandeling min of meer beperkt kan zijn, of zelfs in de buurt van de spreiding op de eigenschappen van sommige materialen, is het belangrijk de overeenkomstige proeven vóór en na behandeling (eventueel na kunstmatige verouderingscycli) op **hetzelfde proefstuk** uit te voeren.

Daarom worden alle proefstukken na droging (max. 60°C) tot constante massa ($\Delta < 1 \%$ tussen twee wegingen met een tussentijd van 24 h) op de achterkant gemerkt met een code en vervolgens gewogen om de initiële, droge massa (M_0) vast te stellen.

Vervolgens, vóór de behandeling en per product:

- op de 10 (2 x 5) proefstukken van 150 x 50 x 20 mm³ wordt een kleur- en glansmeting uitgevoerd (zie procedure in punt 11.1), evenals twee waterabsorptiemetingen met de Karstenpijp (zie procedure in punt 9.1);
- op de 4 (2 x 2) kubusvormige proefstukken van 50 x 50 x 50 mm³ wordt de capillaire wateropname tot verzadiging bepaald (zie procedure in punt 9.2) om daarna een bepaling van de droogsnelheid (zie procedure in punt 11.2) te ondergaan.
- het baksteenplaatje wordt onderworpen aan een waterdampdoorlaatbaarheidsprocedure (zie punt 11.2) waarbij de te behandelen zijde (gladde zijde) aan de "droge" zijde geplaatst wordt.

De verschillende waarden die bekomen worden tijdens deze proeven karakteriseren de onbehandelde proefstukken. Zij moeten achteraf vergeleken worden met de resultaten van gelijkaardige metingen na hydrofobering en/of eventueel kunstmatige veroudering ten einde de doeltreffendheid, de duurzaamheid en desgevallend de neveneffecten te kwantificeren.

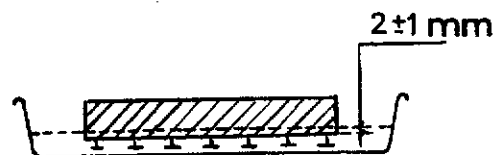
Na deze karakteriseringsproeven worden alle proefstukken (ter herinnering 10 proefstukken van 150 x 50 x 20 mm³, 4 kubussen van 50 mm zijde en een plaatje van 80 mm diameter):

- ondergedompeld in water gedurende 2 h;
- vervolgens geconditioneerd gedurende 48 h bij 20°C en 55 % RV.

7. Aanbrengen van de hydrofobeermiddelen

Vóór elk gebruik van de producten worden voorschriften, etiketten, technische en veiligheidsfiches gelezen. Dit heeft tot doel vervaldatum, specifieke voorschriften (schudden, bereiden van mengsels of verdunningen), te nemen voorzorgen en juiste afvoerwijze na te kijken.

Het gebruiksklare product wordt vervolgens overgebracht in een vlak recipiënt met een minimale oppervlakte van 650 cm^2 ($> 10 \times$ de oppervlakte van de te behandelen proefstukken). Het productniveau dient $2 \pm 1 \text{ mm}$ hoger te zijn dan de steunbalkjes zijn die zich op de bodem van het recipiënt bevinden (zie schema).



De geconditioneerde monsters (zie punt 6) worden vervolgens gewogen op 0.01 g nauwkeurig (initiële vochtige massa = M_1) en op de steunbalkjes geplaatst, m.a.w. in direct contact gebracht met het hydrofobeermiddel gedurende 5 seconden (zie bijlage 6).

Na deze contacttijd wordt het proefstuk van de steunbalkjes weggenomen, omgekeerd en vervolgens zo snel mogelijk gewogen tot op 0.01 g nauwkeurig (massa na aanbrengen = M_3).

Deze werkwijze, via oppervlaktecontact, vermijdt vele mogelijke fouten die veroorzaakt worden door andere aanbrengwijzen (borstel, spray, ...). Volgens onze laboratoriumervaring is deze methode van aanbrengen reproduceerbaar en is de aangebrachte hoeveelheid op kleine proefstukken vergelijkbaar met hoeveelheden die in de praktijk op de bouwplaats aangebracht worden en vaak vermeld worden op de technische fiches van de producten.

De hoeveelheid aangebracht product (Q) wordt uitgedrukt in g/m^2 en bekomen met de volgende formule:

$$Q (\text{g}/\text{m}^2) = \frac{M_3 - M_1 (\text{g})}{\text{Behandeld oppervlak} (\text{m}^2)}$$

8. Conditionering van de monsters na de behandeling

Na de behandeling worden de proefstukken geconditioneerd op 20 °C en 55 % RV gedurende 7 dagen.

De proefstukken worden geplaatst met de behandelde zijde naar boven. De tussenafstand bedraagt minimaal 100 mm ten einde een gasvormige overgang van de producten te vermijden.

Voor bepaalde producten, in het bijzonder deze op waterbasis, is het mogelijk dat de optimale aanvangsdoeltreffendheid niet bereikt wordt door deze wijze van conditioneren, en dat het nodig is de proefstukken een of meer malen te spoelen en vervolgens te laten drogen ten einde de tensio-actieve stoffen die initieel in de samenstelling aanwezig zijn, uit te spoelen.

Zelfs in dat geval zal de standaard voorgeschreven conditionering worden gerespecteerd. De eventuele verbetering ten gevolge van het uitspoelen van de tensio-actieve additieven zou merkbaar moeten zijn na de eerste week veroudering via de waterabsorptiemeting met de Karstenpijp.

6. BIJLAGEN

De verschillende in de bijlagen opgenomen documenten bevatten de neerslag van acties in het laboratorium, in situ en bij diverse fabrikanten en verdelers.

Zij hadden tot doel het werk te optimaliseren (bibliografische benadering, internationale contacten, ...), onbekenden in te vullen en de vastgestelde problemen wat betreft het uitwerken van proefprocedures naar best vermogen op te lossen.

De resultaten en bevindingen van deze acties werden besproken in de begeleidingsgroep met de bedoeling de keuze en de definitie van de parameters van de voorgestelde proefprocedure zo goed mogelijk te bepalen.

De details van de resultaten van deze acties zijn hieronder in bijlagen 1 tot 12 hernomen:

- Bijlage 1: "INDUSTRIELE CONTACTEN – BEGELEIDINGSGROEP"
- Bijlage 2: "BIBLIOGRAFISCHE STUDIE VAN DE PROEFMETHODIEK VOOR VOCHTWERENDE BEHANDELINGEN"
- Bijlage 3: "EUROPESE BENADERING VAN DE PROEFMETHODIEKEN"
- Bijlage 4: "STUDIE MET BETREKKING TOT BAKSTEEN- EN NAURSTEEN-ONDERGROND"
- Bijlage 5: "STUDIE MET BETREKKING TOT HYDRAULISCH GEBONDEN ONDERGROND"
- Bijlage 6: "BIJKOMENDE BENADERING MET BETREKKING TOT DE HOMOGENITEIT VAN SILIKAATSTEEN"
- Bijlage 7: "MONSTERNAME, IDENTIFICATIE EN CONTROLE VAN VOCHTWERENDE PRODUCTEN"
- Bijlage 8: "CONDITIONERING VAN DE PROEFSTUKKEN VOOR EN NA BEHANDELING"
- Bijlage 9: "KRUISPROEVEN AANGAANDE DE POROMETRISCHE VERDELING MET MICROMERITICS POROSIMETER"
- Bijlage 10: "METING VAN DE WATERABSORPTIE VAN BEHANDELDE MONSTERS MET DE KARSTENPIJP"
- Bijlage 11: "METING VAN DE DOELTREFFENDHEID VAN BEHANDELINGEN – BENADERING VAN SLAGREGEN EN WIND IN BELGIË"
- Bijlage 12: "PROEFCAMPAGNE"
- Bijlage 13: "EVALUATIE VEROUDERINGSTECHNIEKEN"
- Bijlage 14: "SEM-AFBEELDINGEN M.B.T. BIJLAGE 13"

- *Waterdampdoorlaatbaarheidsmeting:* De vermindering van de waterdampdoorlaatbaarheid van de standaard ondergrond na behandeling, bedraagt:

Klasse	Vermindering van de diffusie
<i>A</i>	Vermindering < 10 %
<i>B</i>	10 % < vermindering < 20 %
<i>C</i>	20 % < vermindering < 40 %
<i>D</i>	Vermindering > 40 %

- *Meting van de droogsnelheid:* De verhouding van de richtingscoëfficiënten van de droogcurven tussen het 96ste en 192ste proefuur, bedraagt:

Klasse	Verhouding van de verdamping voor en na behandeling
<i>A</i>	> 90 %
<i>B</i>	60 % < ... < 90 %
<i>C</i>	30 % < ... < 60 %
<i>D</i>	< 30 %

- *Capillaire waterabsorptie*: De absorptiesnelheid (de hellingscoëfficiënt van de absorptiecurve) na behandeling (initiële doeltreffendheid) of na veroudering (duurzaamheid) vergeleken met de absorptiesnelheid voor behandeling, bedraagt:

Klasse	Relatieve absorptie
A	abs. < 5 %
B1	abs. < 5 % (eerste 60 min) 5 % < abs. < 15 % (nadien)
B2	5 % < abs. < 15 %
C	15 % < abs. < 25 %
D	abs. > 25 %

Criteria voor de neveneffecten:

- *Kleurmeting*: Het verschil ($\Delta E^*_{ab} = (\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})^{1/2}$) van de gemiddelden van 4 kleurenmetingen op dezelfde plaats, vóór en na behandeling, bedraagt:

Klasse	Berekend verschil
A	$\Delta E^*_{ab} < 6$ eenheden
B	$\Delta E^*_{ab} > 6$ eenheden

- *Glansmeting*: Het gemiddelde van de verschillen tussen de twee metingen, vóór en na behandeling, op hetzelfde monster en op dezelfde plaats, bedraagt:

Klasse	Berekend verschil
A	Verskil < 3 eenheden
B	Verskil > 3 eenheden

12. Voorstel van prestatieklassen

Omdat in het kader van de procedure besloten werd bij het begin van de proeven geen beperkende definitie voor vochtwerende producten te hanteren, wordt de overeenstemming of niet met de definitie van vochtwerend product bepaald op basis van het geheel van de proefresultaten onderzocht tijdens de vorige punten. De hierna volgende prestatieklassen zijn bedoeld om de criteria te definiëren die moeten toelaten om de overeenstemming te beoordelen van de prestaties met deze die algemeen aanvaard en gewenst worden voor een kwalitatieve vochtwerende behandeling.

Het is evident dat de geciteerde waarden indicatief zijn en weggelaten kunnen worden wanneer zij niet van toepassing zijn in een welbepaald geval. Zij kunnen ook meer of minder strikt toegepast worden in functie van bijzondere toepassingen.

In het algemeen worden de prestatieklassen per type ondergrond meegedeeld, m.a.w. een product kan bij wijze van voorbeeld voor één type natuursteen aan een bepaalde prestatieklasse beantwoorden, voor mortel en beton aan een andere en aan een derde voor baksteen.

Klassen van initiële doeltreffendheid en duurzaamheid:

- *Waterabsorptiemeting onder lage druk:* De berekende doeltreffendheid tussen de bekomen absorptiewaarden op behandeld en niet-behandeld materiaal bedraagt:

Klasse	Berekende doeltreffendheid
A	doeltref. > 95 %
B	85 % < doeltref. < 95 %
C	75 % < doeltref. < 85 %
D	Doeltref. < 75 %

11.2.2 Meting van de droogsnelheid (zie RILEM 25 PEM – proef II.5)

De droogsnelheid wordt bepaald op 2 kubische monsters (50 mm zijde) van baksteen en silicaatsteen vóór en na behandeling. In de praktijk en voor de eenvoud worden de metingen van de droogsnelheid uitgevoerd op dezelfde proefstukken en onmiddellijk na de capillaire waterabsorptieproeven gedefinieerd in punt 9.2. Na deze voornoemde absorptieproeven worden de monsters, afgeschermd met aluminiumfolie op de 4 zijvlakken (met gedeeltelijke verlijming met epoxy – zie voorbereiding van de proefstukken in punt 9.2) onder water gelegd gedurende 24 h.

Vervolgens wordt het monster uit het water gehaald, afgedopt met absorberend papier en gewogen (precisie 0.01 g). Nadien wordt het oppervlak overstaand aan het meetvlak eveneens afgeschermd met aluminiumfolie. Na weging (precisie 0.01 g) wordt het monster, met het meetvlak naar boven gericht, geconditioneerd bij 20 °C en 55 % RV. Het drooggedrag wordt bepaald door weging (precisie 0.01 g) na 1, 2, 3, 4, 5, 8, 24, 48, 72, 96 en 192 uur. De droogcurve wordt voorgesteld als massaverlies (g/m^2) in functie van de droogtijd (uur).

Voor de beschouwde materialen wordt de mogelijkheid tot droging na behandeling gedefinieerd als de verhouding van het gemeten massaverschil tussen 96 en 192 h respectievelijk voor het behandelde en het niet-behandelde monster.

11.1.2 Glansmetingen

De invloed op de glans wordt gemeten op dezelfde monsters $150 \times 50 \times 20 \text{ mm}^3$ vóór en minimaal 7 dagen na het aanbrengen van het vochtwerend product. Het gebruikte apparaat is conform aan norm ISO 2813 en de meting gebeurt onder een hoek van 60° . Ten einde de fout te beperken veroorzaakt door de heterogeniteit van het oppervlak van de proefmaterialen wordt het apparaat nauwkeurig geplaatst op de gemerkte meetplaatsen. De verandering in glans wordt berekend door het verschil te maken van de metingen vóór en na behandeling. Het resultaat wordt uitgedrukt met een nauwkeurigheid van één glanseenheid.

11.2. Invloed op de hydrische eigenschappen van het oppervlak

De hydrische eigenschappen van het oppervlak bepalen niet alleen de mogelijkheden om water van buitenuit te laten doordringen in de materialen (zie doeltreffendheid van de materialen – punt 9) maar eveneens de mate waarin water uit de drager naar buiten migreert. Het behoud van deze laatste eigenschap is belangrijk omdat zij de evacuatie mogelijk maakt van accidentele infiltraties, van interne condensaties en van waterdamp en toelaat een materiaal zo droog mogelijk te houden.

De twee meest aangepaste testmethoden voor deze eigenschappen zijn:

- de meting van de waterdampdoorlaatbaarheid die het watertransport onder de vorm van damp karakteriseert en bepalend is voor het drooggedrag van een relatief droog materiaal;
- de meting van de droogsnelheid die de migratie van vloeibaar en gasvormig water karakteriseert en het drooggedrag van een sterk vochtig materiaal bepaalt.

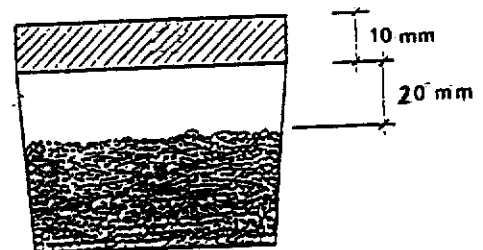
11.2.1 Meting van de waterdampdoorlaatbaarheid

Deze meting wordt uitgevoerd op hetzelfde proefplaatje met $\varnothing 80 \text{ mm}$ en een dikte van 10 mm (zie identificatie in punt 5) vóór en na de vochtwerende behandeling.

De proefmethode is gebaseerd op de voorschriften van RILEM – 25 PEM en de DIN-norm 52615.

De omgevingsvoorwaarden bedragen 20°C en $55\% \text{ RV}$ en het recipiënt wordt gevuld met silicagel tot op 10 mm van het proefoppervlak.

Ter herinnering, de tijd tussen de behandeling en de proef bedraagt minimaal 7 dagen en tijdens de proef wordt de behandelde zijde geplaatst langs de droge kant (kant silicagel).



11. Identificatie van de neveneffecten

De rechtstreekse neveneffecten van de beschouwde vochtwerende producten zijn in dit geval niet-gewenste veranderingen die hun toepassing zou kunnen beperken. Dit in tegenstelling met de onrechtstreekse, bijkomende en gunstige gevolgen zoals bijvoorbeeld de beperking van de vervuiling of de biologische ontwikkeling. Deze worden niet opgenomen in dit voorstel.

11.1. Invloed op het uitzicht

De invloed van de behandelingen op het uitzicht kan merkbaar zijn als een verandering van de kleurschakering of de glans. De ervaring leert dat deze kleurloze producten de een en/of de andere van deze eigenschappen van het oppervlak kunnen accentueren evenredig met de aangebrachte hoeveelheid product en met de concentratie aan actieve stof van het aangebrachte product.

De metingen op de invloed gebeuren, zoals alle andere metingen, minimaal 7 dagen na het aanbrengen van de producten (zie punt 6). Ze bestaan uit het vergelijken van de bekomen resultaten vóór en na behandeling op de twee prismatische proefstukken per type materiaal en op dezelfde plaatsen (gemarkt voor meer nauwkeurigheid).

11.1.1 Kleurmetingen

Rekening houdend met de heterogeniteit van het uitzicht van de behandelde materialen, heeft de gebruikte kleurmeter bij voorkeur een zo groot mogelijk meetvenster dat nog verenigbaar is met de afmetingen van de proefstukken (150 x 50 x 20 mm³). In het andere geval houdt men rekening met het gemiddelde van een aantal metingen dat des te groter is naarmate het venster kleiner is, waarbij een totaal meetoppervlak van ca. 20 cm² als minimum beschouwd wordt. De meting wordt uitgevoerd overeenkomstig de voorschriften van het CIE 1976 met behulp van een kleurenmeter met een gepulseerde xenonboog (PXA), index C, geometrie "wide area/0°", metingen uitgedrukt volgens het L*a*b*-systeem.

De standaardafwijking tussen de metingen voor en na behandeling wordt berekend met behulp van de volgende formule:

$$\Delta E^*_{ab} = (\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})^{1/2}$$

Het gemiddelde van de 4 metingen (twee metingen op ieder proefstuk) wordt berekend. Het resultaat wordt uitgedrukt met een nauwkeurigheid van één ΔE^*_{ab} -eenheid.

10. Beoordeling van de duurzaamheid van de behandelingen

De duurzaamheid is de mate waarin een behandeling zijn initiële karakteristieken behoudt in normale omstandigheden van blootstelling aan het milieu.

Volgens contacten met de gespecialiseerde laboratoria van de fabrikanten van de siliconenharsen is het moeilijk gebleken om op een beperkende manier de omstandigheden te bepalen die dit type van producten zouden kunnen aantasten.

Op basis van met verschillende apparaten verwezenlijkte, vergelijkende proeven blijkt het wenselijk voor de verouderingsproeven in het laboratorium de volgende voorwaarden te weerhouden: ultra-violettestraling, temperatuur en bevochtiging.

De weerhouden cycli zijn deze voorgeschreven in de norm SAE J 1960 (Jun 89): "Accelerated exposure of automotive exterior materials using a controlled irradiance water-cooled xenon arc".

De twee prismatische proefstukken van $150 \times 50 \times 20 \text{ mm}^3$ worden verouderd per type ondergrond en per product, evenals de vier kubische proefstukken.

De totale kunstmatige veroudering omvat 448 cycli die telkens bestaan uit:

- 40 min straling met een xenonlamp (stralingsintensiteit van $0.55 \pm 0.01 \text{ W/m}^2$ op 340 nm) bij een temperatuur van $70 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ op het zwarte lichaam;
- 20 min straling zoals hierboven doch met waterverneveling (temperatuur $70 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ op het zwarte lichaam);
- 60 min straling zoals hierboven met een temperatuur van $70 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ op het zwart lichaam;
- 60 min waterverneveling bij een omgevingstemperatuur van $38 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

De doeltreffendheid van de behandeling wordt beoordeeld door middel van metingen van de waterabsorptie met de Karstenpijp (zie punt 9.1.) vóór de veroudering, na 56, na 224 en na 448 cycli evenals door capillaire waterabsorptiemetingen vóór en na kunstmatige veroudering.

De evolutie van de duurzaamheid wordt bekomen door vergelijking van de voornoemde waarden. Ter herinnering, de proefstukken dienen steeds in evenwicht te zijn bij $20 \text{ }^\circ\text{C}$ en bij 55 % RV (massa constant op 1 % nauwkeurig).

$$\text{Doeltreffendheid (\%)} = \left(1 - \frac{\Delta_{(15-5)na}}{\Delta_{(15-5)voor}}\right) \times 100$$

Ter herinnering, de meting van de waterabsorptie met de Karstenpijp wordt niet alleen verwezenlijkt na de behandeling maar ook op dezelfde proefstukken en op dezelfde plaats vóór behandeling evenals tijdens en na de kunstmatige verouderingscycli.

In alle gevallen moeten de proefstukken voor de absorptiemeting in evenwicht zijn (massa constant op 1 % nauwkeurig) bij 20 °C en 55 % RV.

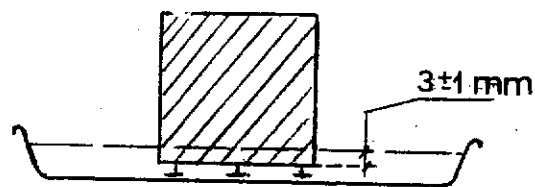
9.2. *Meting van de waterabsorptie door capillariteit*

Deze meting wordt uitgevoerd op 4 kubische monsters uit silikaatsteen en baksteen met 50 mm zijde. Ze wordt uitgevoerd op dezelfde proefstukken vóór en na behandeling, evenals na de kunstmatige verouderingscycli. Voor de metingen na behandeling wordt een conditioneringperiode van 7 dagen bij 20°C en 55 % RV in acht genomen.

Ten einde randeffecten te vermijden tijdens de capillaire waterabsorptie wordt met behulp van een penseel een halve cm van de aangrenzende zijden van het meetvlak behandeld met een waterdicht, thixotrop, sneldrogend (< 24 h) epoxyhars. Onmiddellijk nadien worden de aangrenzende zijden van het meetvlak afgeschermd met aluminiumfolie, hierbij zorg dragend dat enerzijds een goede hechting wordt bekomen met het aangebrachte epoxyhars en anderzijds de rand van de aluminiumfolie overeenkomt met deze van het meetvlak. De proefstukken worden vervolgens gedroogd in een droogstoof op 45 °C tot constante massa (± 0.01 in massa, nauwkeurigheid van de weging op 0.01 g) en vervolgens geplaatst in een exsiccator op 20°C tot op het moment van de proeven.

De proefprocedure is geïnspireerd op de RILEM-procedure 25 PEM (II-6).

Na de initiële weging (± 0.01 g) wordt het proefstuk met de behandelde zijde in een afgedekt waterbad geplaatst, met het waterniveau 2 ± 1 mm hoger dan de steunbalkjes op de bodem van het recipiënt. Na een tijdspanne van 1, 3, 5, 10, 15, 30, 60, 480, 1440 en 2880 minuten worden de monsters uit het water gehaald en wordt de kant die bevochtigd werd behoedzaam afgewist met een vochtig zeemvel en gewogen met een nauwkeurigheid van een honderdste van een gram.



De bekomen resultaten worden in grafiek gebracht en laten vervolgens toe om de absorptiesnelheid te bepalen in de capillaire fase (in het algemeen de eerste rechte van de bekomen grafiek) en de hoeveelheid water die aan het einde van de proef werd geabsorbeerd.



Tabel 1 : Overzicht van de bestudeerde referenties.

Reference	Product	Substrate	Treatment			Condition after treatment	Type of test	Ageing
			Type	Conc	Appl time			
Lisbon, vol 2, pp 631 (1992) (P)	- Siliconates - Siloxanes - Acrylic-silicone waxes	- Brick - Mortar	Immersion ; 10 mm depth	-	10-20"	24 h ; 5°C	- Beading effect - Contact angle - Capillary abs - Water drop absorption - Karsten pipe - Drying exp - Water vap perm	- None
pp 745 (Sp)	- Rhodorsil 11309, Me-Phesilox - Go Tegosivin HL100 ; siloxane	- Stone	Total immersion	- 10 % - Not diluted - 10 %	5 days	Air dry : 6 days + 60 °C : 3 days	- Drying exp - Degree of saturation (S) - Capillarity abs	- Temp variation : 20 - 120 °C
pp 1073 (Sp)	- Oligomeric siloxane (Go Tego HL100) - Polyurethane (Phoba 10)	- Stone	Capill suction till saturation	-	Till saturation	-	- Drying exp - Capill water abs	- None
pp 1083 (It)	- Epoxy	- Stone - Brick	Technical fiche	Idem	Idem	-	-	- Salt crystallization
pp 1103 (Germ)	- Alkylalkoxysilane + silicone resin	- Stone	Capillary soaking	-	10 minutes	20 °C, 65 RH, 6 weeks	- Capill water abs - Karsten - Hygric dilatation - Total water uptake - flexural strength	- None
pp 1223 (It)	- Perfluoropolyether in C ₂ Cl ₃ F ₃ /isopropanol(9/1)	- Stone	Brush	2.5 - 10%	-	60 °C, till ct weight	- Water absorption	- Natural ageing (21 - months)

Reference	Product	Substrate	Treatment			Condition after treatment	Type of test	Ageing
			Type	Conc	Appl time			
pp 845 (It)	- Fomblin MET : perfluoroether	- Stone	50g.m ⁻²	-	-	Till ct weight	- Weight differences - PH difference of the solution during immersion in PH4 (H ₂ SO ₄)	- Dry deposition - Immersion in an acidic solution
pp 867 (It)	- Perfluoroether	- Stone	- Cons (g.m ⁻²): 25 ;40; 100 ; 300	-	-	-	- Colour - Drying rate - Karsten	- UV (48h) - Heating : 75 °C (24h) ; 150 °C (24h)
pp 871 (It)	- Rhodorsil 11309 :p-me-phe-silox in toluene - GE Dry Film 104 :p- me- siloxaan in mixture organic solv - Polaroid :acrylic polymer in mixture organic solvent - Dow Corning :me-trimethoxy-silaan	- Stone	Capill rize : im- mersion at 2 mm	- 10 % - 7 % - 10 % - undiluted	Till completely wetted	-	- Cap water abs - SEM	- None
pp 881 (It)	- Fomblin : perfluoroethers	- Stone	Cons (g.m ⁻²): 50 ; 90	-	-	-	- Water abs - Rate of progress of the humidity front - Porosity	- Changes in RV(40-95%) and Temp : (-9-42°C) in 7 h cycles Total cycles : 720
pp 891 (It)	- Dry Film 104 : silicone resin	- Stone	Cap rize (im- mersion 2 mm)	-	-	-	- SEM	- Acid rain - UV ageing (280-380 nm)
pp 899 (It)	- 11309 Rhône Poul :silicone resin in mixture of solvents - Polaroid B72 : acrylic polymer in a mixture of solvents	- Stone	- Brush - Capillary rise	5-40%	Cap rise : 24 h	-	- Vapour permeability - Porosity measurements	- Irradiation (?)

Bijlage 2 - pagina 6

Reference	Product	Substrate	Treatment			Condition after treatment	Type of test	Ageing
			Type	Conc	Appl time			
pp 349 (Germ)	- Polyurethane with a oligosiloxane segment in butylacetate - Epoxy aliphatic in MEK - Si(OEt) ₄ + oligosilox	- Stone	Capillary suction	- 30 % - 25 %	4 h	23 °C, 50 % RH : 28 days	- Total cap water abs (immersion) - Free cap water abs	- Cycle consisting of temp, RH variation, irradiation, rain, SO ₂ , CO ₂ and NOx introduction
pp 373 (It)	- Fluorinated methacrylates in CHCl ₃ - Rhodorsil 224:olilosilox in wh sp - Paraloid B72 in CHCl ₃	- Stone	Brush	- 10 % - 7 % - 5 %	-	-	- Capillary water abs - Contact angle	- UV Irradiation (72h)
pp 421 (It)	- Oligo siloxane in EtOH - Perfluoropolyether in C ₂ Cl ₄ F ₅	- Stone	Cap abs	- 20 % - 24 %	2 h	-	- Capillary water abs - Total water abs - Porosity measurements	- Freeze-thaw cycles
pp 443 (S)	- Go TegoHL100 oligosilox in xylene - ARD55.050 : acrylsiliconic product - Paraloid B72 in C ₂ Cl ₄ H ₃	- Stone	Immersion	- 10 % - as received - 5 %	10 minutes	-	- Visual inspection	- Salt crystallization - Freeze-thaw
Bar 1989, pp439 (S)	- Go Tego HL100: oligosilox - Phoba 10	- Stone	Immersion	-	-	-	- Capillary abs - Drying	- Salt cryst - UV expositions - Heating-cooling
Venezia 1994 pp 871 (S)	- Paraloid B72 in C ₂ Cl ₄ H ₃ - ARD55.050 - Go TegoHL100 in xylene - BS28 ? In xylene	- Stone	Immersion	- 5 % - as received - 5-10 % - 5 %	10 minutes	Weighing till ct weight	- Capillary water abs - Total water abs - Beading effect	- None

Reference	Product	Substrate	Treatment			Condition after treatment	Type of test	Ageing
			Type	Conc	Appl time			
Delft 1995 pp 1-1 (Germ)	- Silanes	- Brick masonry wallettes	Brush, two times	-	-	Natural environment	- Moisture transport	- Natural ageing
pp 3-1 (Germ)	- Bayer LV-N: silicone resin in wh sp - Bayer LO-N: alkoxysilox in wh sp - Bayer TPA13462 : Silane-silox emulsion	- Brick - Stone - Mortar - Concrete	-	- 5 % - 8 % - 5.5-7.5 %	-	-	- Kartsen - Capillary water abs - Immersion in 0.1 N KOH	- Natural ageing (3yr)
pp 4-1 (NL)	- Remmers Funcosil silicone in solvent - Idem, silicone microemulsion - Idem, silane emulsion	- Stone - Brick	-	- 7 % - 10 % - 10 %	-	-	- Capillary water abs - Beading effect - Resistance to water pressure	- None
pp 5-1 (B)	- Siloxanes	- Brick - Stone	Capillary abs	5-10 %	5 sec	1 week in laboratory	- Karsten	- SAEJ 1960
pp 8-1 (H)	- ZKF : aliphatic polyurethane	- Stone	-	-	-	-	- Mechanical tests	- Freeze-thaw
pp 12-1 (Swit)	- Silane in solution - Silane in emulsion - Siloxane in solution	- Concrete	Spray	-	-	-	- Capillary water abs	- None
pp 15-1 (Swit)	- Silane in emulsion - Siloxane micro-emulsion	- Concrete	Spray, two times	-	-	-	- Capillary water abs	- None
pp 18-1 (Sweden)	- Siloxane - Silicone resin	- Brick	Instructions ma- nufacturer	-	-	-	- Water abs under pressure - Drying	- None

Bijlage 2 - pagina 10

Reference	Product	Substrate	Treatment			Condition after treatment	Type of test	Ageing
			Type	Conc	Appl time			
Bologna 1989, pp 649 (Germ)	- Polyurethane - Acrylic resin - Silanes - Fluoroethylene - Polyester	- Stone	-	-	-	-	- Water abs - Porosimetry - Colorimetry	- Not specified
pp 660 (Germ)	- Wacker 090, 290, VP 1310 : siloxane - Wacker 190 : silicone - Go Tegosv HL100 : silox - Dynasilan BSM40 : silane	- Stone	-	-	-	-	- Water absorption	- Salt crystallization
pp 696 (B)	- Goldschmidt Tegosivin HL100 : siloxane	- Stone	-	-	-	-	- Quantity of stone material loss	- Natural environment
Bologna 1981 pp 625 (It)	- Fomblin : perfluoropolyether	- Stone	-	-	-	-	- Moisture movement	- None
pp 633 (P)	- Surface Clear Preserv Opaco : acrylate in solvent - Water Preserving : silicone resin	- Stone	Brush, 2 times, 18 h in between	- 50 %	-	Lab conditions, 1 month	- Capillary water abs - Total water abs (immersion)	- UV radiation - Weather-Ometer - SO ₂ - Salt crystallization
pp 66 (It)	- Fomblin Y : perfluoropolye- ther in C ₂ Cl ₂ F ₃ - Transkote : aluminiumstearate in organic solvent	- Stone	Immersion	- 70 %	1. 1 min 2. 7 hours	-	- Capillary water abs - Water porosity - Drying behaviour	- Fog test + Climatic room (UV, 57°C, 22 % RH)

Bijlage 2 - pagina 12

Reference	Product	Substrate	Treatment			Condition after treatment	Type of test	Ageing
			Type	Conc	Appl time			
pp 297 (Swits)	- Alkylalkoxy-silane - Isobutyltriethoxysilan - Siloxane - Silane-siloxane	- Concrete	Cap abs (1 mm), two times : 10 min in between	- >97 % - 100 % - 15 % - 25 %	5 sec	20 °C, 60 %RH : 2 weeks	- Waterabs	- 24 - 48 h : immersion on in 0.1 N KOH
pp 317 (Swits)	- Silan - Silan/siloxane	- Concrete	Cap abs (3 mm), 2 times, 10 min in between	- 100 % - 100 %	5 min	20 °C, 55 %RH : 2 weeks	- Waterabs profile as function of depth of substrate	- Immersion in 3 % NaCl, 2 mm : 150 days
pp 633 (Germ)	- Siloxane in arom solvent - Polyurethane in butylacetate - Copolyvinylacetate	- Stone	Cap abs	- 7 % - 10-27 % - 5 %	4 h	23 °C, 50 %RH : 4 weeks	- Waterabs - Contact angle	- Freeze-thaw - Salt cryst
Esslingen 1996 pp 923 (B)	- Silicones (9) - Acrylic-silicone resin (1)	- Brick - Mortar	Capill abs	10 %	10 sec	Laboratory condi- tions	- Drying behaviour	- None
Brighton, 1978 (Swit)	- Acrylic resin in organic sol- vent - Polymethacrylate in orga- nic solvent	- Stone	Spray, 2 times, 24 h in between	- 10 % - 3.2 %	-	-	- Water vapour permeability - Permeability to water	- Freeze-thaws - Salt cryst - Artificial ageing : UV/IR, rain, temp(- 10-23°C)

Table 3 : Overview of the types of substrates used for laboratory research on the efficiency of water repellent agents.

Type of substrate	Total (%)
Stone	68
Brick	13
Concrete	12
Mortar	7

Table 4 : Overview of the types of tests carried out in laboratory for the evaluation of the efficiency of the water repellent treatment.

Type of test	Total (%)
Capillary absorption	26
Water vapour permeability	11
Drying behaviour - liquid moisture transport	10
Karsten pipe	9
Porosity	9
Contact angle	8
Total water uptake after immersion	7
Colorimetry	5
Mechanical tests	3
Other	13

3. Besluit.

Uit deze studie kan worden besloten dat :

3.1. Aard van de vochtwerende producten.

Uit de resultaten vermeld in tabel 1 en 2 kan worden vastgesteld dat de silicium verbindingen het meest worden aangewend voor vochtwerende behandelingen : de siloxanen, silanen en siliconaten, vertegenwoordigen samen 63 % van het totaal gebruik. De silanen en de siloxanen worden in mindere mate verdund met water.

De acrylaten worden voor 15 % gebruikt als vochtwerend produkt. Terwijl deze producten slechts minimaal worden gebruikt in Noord-Europa, bevinden de toepassingen zich voor 83 % in Portugal, Spanje en Italië.

De gefluoreerde polymeren worden hoofdzakelijk gebruikt in Italië : een totaal gebruik van 10 %, waarvan 63 % in Italië.

Van de polyurethanen, werden enkel toepassingen gevonden in Spanje, Italië en Duitsland.

De epoxy-harsen, polyester, Al-stearaat en copolyvinylacetaat producten worden in Europa slechts minimaal gebruikt.

3.2. Type substraat

Uit tabel 3 kan worden besloten dat vochtwerende behandelingen grotendeels worden getest op natuursteen (68 %). Het aantal onderzoeken dat uitgevoerd wordt op baksteen is vergelijkend als dit op beton : 13 en 12 %. Mortel wordt in mindere mate getest.

3.3. Type behandeling.

Uit tabel 1 kan worden besloten dat de behandelingen hoofdzakelijk uitgevoerd worden door capillaire water absorptie, door het onderdompelen van het monster in het mengsel of door het aanbrengen met behulp van een borstel.

Betreffende de totale onderdompeling, wordt slechts 7 % uitgevoerd gedurende maximaal 10 seconden. 29 % van de behandelingen wordt uitgevoerd gedurende meer dan 1 uur of tot volledige verzadiging.

22 % van de behandelingen door capillaire absorptie wordt uitgevoerd gedurende maximaal 10 seconden, terwijl 56 % gedurende minimaal 1 uur of tot volledige verzadiging.

3.4. Concentratie van de gebruikte vochtwerende mengsels (tabel 1).

3.4.1. Siloxanen :

In 83 % van de referenties, waarvan de concentratie van het vochtwerend mengsel beschreven was, wordt gebruik gemaakt van een mengsel met een siloxaan gehalte van 10 ± 3 %. De resterende behandelingen werden uitgevoerd met een 20 % mengsel.

3.4.2. Silanen :

50 % maakt gebruik van onverdund silaan ; bij de andere helft varieerde het actieve stofgehalte.

3.4.3. Gefluoreerde verbindingen :

De concentratie varieert van 10 tot 70 %.

DWTC - VOCHTWERENDE BEHANDELINGEN

WTCTB

AANBRENGEN VAN HET HYDROFOBEERMIDDEL - BEPALING VAN DE CONTACTTIJD- PROEVEN IN HET LABORATORIUM EN IN SITU

Inhoud

1. Doelstelling
2. Werkwijze
3. Bepaling van het productverbruik in situ
 - 3.1. Bouwplaats
 - 3.2. Voorkomende materialen
 - 3.3. Gebruikte hydrofobeermiddelen
 - 3.4. Verloop van de proeven
 - 3.5. Gemeten productverbruik
 - 3.6. Controle van de doeltreffendheid
4. Bepaling in het laboratorium van het productverbruik in functie van de contacttijd
 - 4.1. Gebruikte materialen en hydrofobeermiddelen
 - 4.2. Proefopstelling
 - 4.3. Productverbruik (opgenomen hoeveelheden) in functie van de contacttijd
5. Bepaling van de standaard contacttijd
 - 5.1. Vergelijking van de verbruiksresultaten in het laboratorium en op de bouwplaats
 - 5.2. Besluit

1. Doelstelling

In het laboratorium dient een hydrofobeermiddel op een *gestandaardiseerde* en *herhaalbare* wijze op de proefstukken aangebracht te worden. Om die reden is applicatie met een kwast of door middel van "lage druk vloeien" uitgesloten, en worden de proefstukken behandeld door ze gedurende een welbepaalde tijd aan één zijde in contact te brengen met het betrokken hydrofobeermiddel. Het middel wordt gedurende de contacttijd opgenomen door capillaire absorptie.

De contacttijd bepaalt de hoeveelheid hydrofobeermiddel die op deze wijze opgenomen wordt. Deze hoeveelheid dient vergelijkbaar te zijn met de hoeveelheid die tijdens een "gewone" behandeling *in situ* door de gevelmaterialen opgenomen wordt.

De hieronder beschreven proeven hebben tot doel een standaard contacttijd te bepalen die aan deze eis voldoet.

De resultaten van deze metingen op 5 bakstenen worden hieronder samengevat :

	1	2	3	4	5
0 min	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5 min	1,45	0,15	0,30	0,63	0,85
10 min	2,43	0,22	0,44	1,11	1,50
15 min	3,40	0,30	0,55	1,55	2,10
$\Delta_{(15-5)}$	1,95	0,15	0,25	0,92	1,25

waterabsorptie in ml van de bakstenen vóór behandeling

De voegmortel die gebruikt werd voor het hervoegen heeft volgende samenstelling (in volumedelen) :

- 2/3 delen cement
- 1/3 deel hydraulische kalk
- 5 delen Lommelzand

De waterabsorptie van de voegmortel werd eveneens door middel van de glazen pijp (Karsten-proef) bepaald op drie verschillende plaatsen.

De resultaten van deze metingen worden hieronder samengevat :

	1	2	3
4 ml opgenomen in	2 s	3 s	2 s
<i>theoretische</i> $\Delta_{(15-5)}$ ⁴	1200	800	1200

waterabsorptie in ml van de voegmortel vóór behandeling

3.3. Gebruikte hydrofobeermiddelen

Omdat de wijze van opname kan verschillen naargelang van het type hydrofobeermiddel (watergedragen of oplosmiddelgedragen), werden de proeven uitgevoerd met beide types hydrofobeermiddel.

De watergedragen hydrofobeermiddelen werden vertegenwoordigd door het product *Aquasil RS 10*, een silaan-siloxaan emulsie. Het werd aangebracht op proefvakken 1a, 1b, 2 en 3 (zie verder).

Het gebruikte product van het type klassiek oplosmiddelgedragen hydrofobeermiddel is *Redisil S*, dit is een product met Technische Goedkeuring (ATG nr. 2012). Het werd aangebracht op proefvakken 4 en 5 (zie verder).

Van beide producten werd een monster ter beschikking gesteld voor de proeven door een van de meewerkende industriële partners⁵.

⁴ berekende wateropname in 10 minuten

⁵ REWAH uit Zandhoven

	proefvak		
	4	5	<i>gemiddelde</i>
massa 1	10,60	8,87	
massa 2	9,47	7,66	
massa 3	8,87	6,97	
1ste laag	1,13	1,21	<i>1,17</i>
2de laag	0,60	0,69	
<i>totaal</i>	<i>1,73</i>	<i>1,90</i>	<i>1,82</i>

gemeten product-verbruik van het oplosmiddelgedragen hydrofobeermiddel

Proefvak 3 (watergedragen hydrofobeermiddel) werd vooraf bevochtigd, teneinde de invloed van een eventuele voorbevochtiging op het verbruik van dit type hydrofobeermiddelen na te gaan.

3.6. Controle van de doeltreffendheid

Twee weken na het uitvoeren van de proeven in situ werd voor de verschillende proefvakken de doeltreffendheid van de behandelingen nagegaan door middel van de glazen pijp (Karsten-proef). Onderstaande tabellen geven achtereenvolgens de meetresultaten voor de baksteen en voor de voegmortel :

	proefvak				
	1a	2	3	4	5
0 min	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5 min	0,10	0,07	0,11	0,13	0,03
15 min	0,10	0,08	0,12	0,14	0,05
$\Delta_{(15-5)}$	<i>0,00</i>	<i>0,01</i>	<i>0,01</i>	<i>0,01</i>	<i>0,02</i>

waterabsorptie in ml van de baksteen twee weken na de behandeling

4. Bepaling in het laboratorium van het productverbruik in functie van de contacttijd

Hieronder volgt de beschrijving van de uitgevoerde proeven in het laboratorium. Achtereenvolgens worden behandeld : de gebruikte materialen en hydrofobeermiddelen, de proefopstelling, de opgetekende krommen die het productverbruik (opgenomen hoeveelheden) aangeven in functie van de contacttijd, en de eruit afgeleide "standaard" contacttijd.

4.1. Gebruikte materialen en hydrofobeermiddelen

Voor de proeven in het laboratorium werd gebruikt gemaakt van volgende materialen :

- bakstenen, afkomstig van de kerk van Lommel-Werkplaatsen en bijgevolg volledig vergelijkbaar met de baksteen die het voorwerp uitmaakte van de proeven op de bouwplaats; de waterabsorptie van dit materiaal werd vermeld onder punt 3.2.
- mortelproefstukken, vervaardigd in het laboratorium met M-31-zand, en waarvan de absorptie-eigenschappen hieronder vermeld worden; net als de voegmortel in de gevel van de kerk van Lommel-Werkplaatsen is ook deze mortel gekenmerkt door een zeer hoge absorptie.

	1	2	3	4	gemiddeld
4 ml opgenomen in	5 s	6 s	5 s	6 s	
<i>theoretische $\Delta_{(15-5)}$⁷</i>	480	400	480	400	440

waterabsorptie in ml van de onbehandelde mortel "M-31"

De gebruikte hydrofobeermiddelen zijn dezelfde als degene die gebruikt werden voor de proeven op de bouwplaats, namelijk :

- Redisil S (oplosmiddelgedragen hydrofobeermiddel),
- Aquasil RS 10 (watergedragen hydrofobeermiddel).

⁷ berekende wateropname in 10 minuten

- opname van het oplosmiddelgedragen hydrofobeermiddel door de mortel.

Deze gemeten krommen worden weergegeven op de hierna volgende afbeeldingen. In de eerste twee afbeeldingen, respectievelijk voor het watergedragen en voor het oplosmiddelgedragen hydrofobeermiddel, wordt het productverbruik in kg/m^2 (vertikale as) uitgezet in functie van (horizontale as) de vierkantswortel van de tijd (s), zoals gebruikelijk voor opname van vloeistoffen door capillaire opzuiging. In de twee daarop volgende afbeeldingen wordt dezelfde informatie weergegeven, doch met een lineaire tijdsas als horizontale as.

Het productverbruik van het *metselwerk* in zijn geheel werd berekend als een gewogen gemiddelde van het gemeten productverbruik van baksteen enerzijds en mortel anderzijds.

Daarbij werd uitgegaan van de vaststelling dat het metselwerk van het kerkgebouw van Lommel-Werkplaatsen voor ongeveer $\frac{3}{4}$ bestaat uit baksteen en voor ongeveer $\frac{1}{4}$ uit voegwerk.

De berekende krommen voor het productverbruik van het *metselwerk* in zijn geheel worden eveneens op de hierna volgende afbeeldingen weergegeven.

5. Bepaling van de standaard contacttijd

Uit de vergelijking van de verbruikskrommen die in het laboratorium opgesteld werden met de proefresultaten die op de bouwplaats bekomen werden, kan de standaard-contacttijd voor de proefmethodiek afgeleid worden.

5.1. Vergelijking van de verbruiksresultaten in het laboratorium en op de bouwplaats

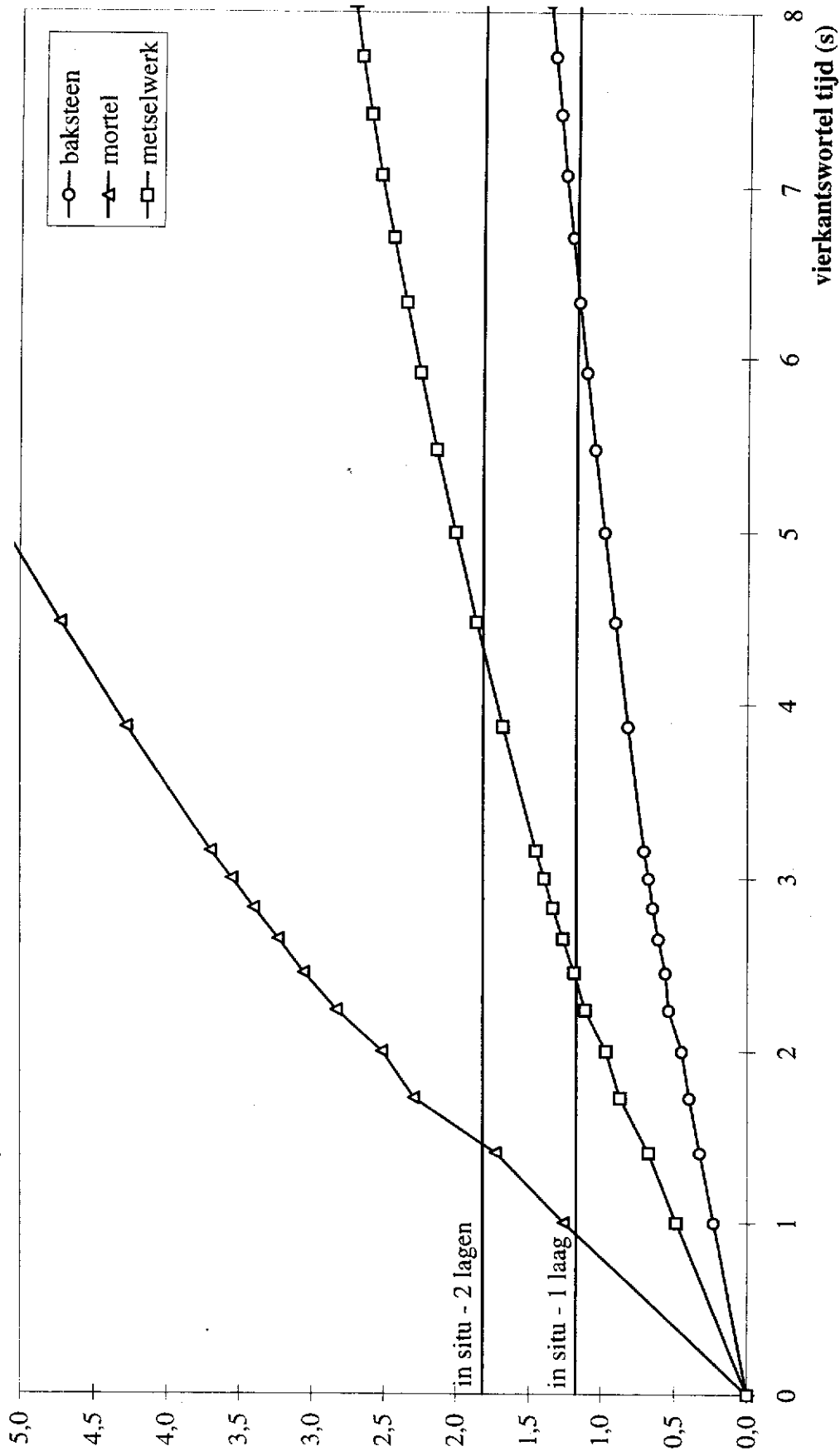
Op bijgaande afbeeldingen staat, naast de hierboven vermelde krommen die het productverbruik in functie van de tijd aangeven, eveneens het opgetekende productverbruik *in situ* aangegeven.

Uit het snijpunt van de berekende kromme van het productverbruik van het *metselwerk* met het opgetekende productverbruik *in situ* kan afgeleid worden hoelang de contacttijd in het laboratorium zou moeten zijn om een vergelijkbaar verbruik te realiseren.

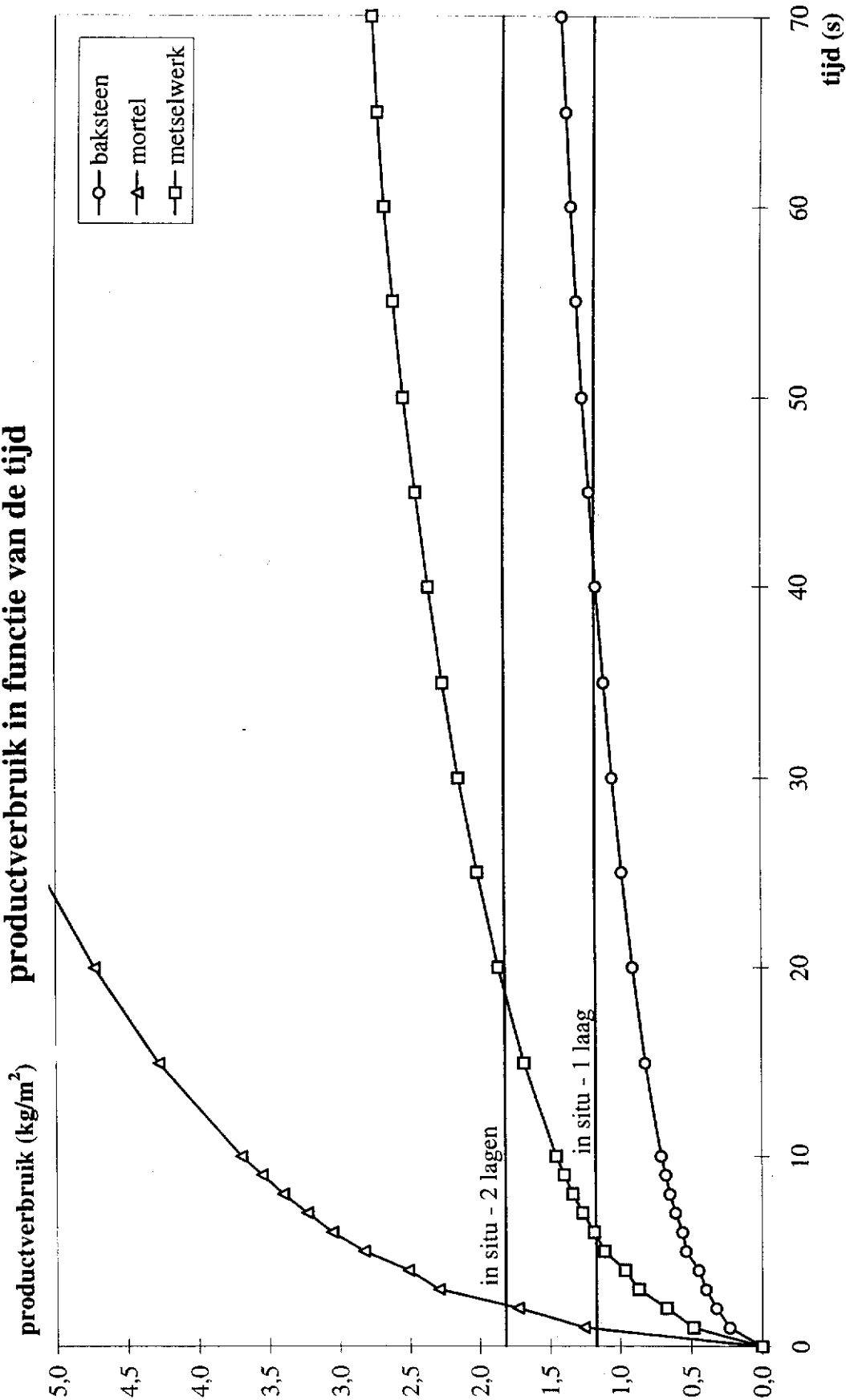
Uit bijgaande afbeeldingen blijkt :

- dat het productverbruik *in situ* van het watergedragen hydrofobeermiddel overeenkomt met een opname in het laboratorium gedurende 63 s,
- dat het productverbruik *in situ* van het oplosmiddelgedragen hydrofobeermiddel overeenkomt met een opname in het laboratorium gedurende 6 s.

oplosmiddelgedragen hydrofobermiddel productverbruik in functie van vierkantswortel tijd



**oplosmiddelgedragen hydrofobeermiddel
productverbruik in functie van de tijd**



DWTC - 9706

IRPA-KIK

**MONSTERNAME, IDENTIFICATIE EN CONTROLE VAN
HYDROFOBEERMIDDELEN**Inhoud

1. Doelstelling
2. Werkwijze
 - 2.1. Monstername
 - 2.2. Identificatie
 - 2.3. Controle
3. Besluit

1. Doelstelling

Hydrofobemiddelen worden op de werf aangevoerd als gebruiksklare producten. Tussen het fabricageproces en het aanbieden als gebruiksklaar product zit er echter een lange weg. De fabrikant produceert immers een zuivere stof of een sterk geconcentreerde oplossing, die in relatief grote minimum hoeveelheden (bv. 120 kg) doorverkocht wordt aan de groothandel. Daar wordt het basisproduct aangelengd met een verdunningsmiddel en worden eventueel nog andere stoffen toegevoegd. De nieuwe formulering wordt voorzien van een nieuwe naam en in kleinere verpakkingen (1 - 25 l) aangeboden aan de kleinhandel.

In de praktijk komt het erop neer dat het voor de consument uiterst moeilijk wordt om een verband te leggen tussen een product, geproduceerd door een multinational, en een gebruiksklaar product dat in de detailhandel aangeboden wordt. Deze laatste heeft immers geen enkele verplichting om de aard van het oorspronkelijk product te vermelden en kan zelfs op elk ogenblik van leverancier veranderen, en dus een fundamenteel verschillend product aanbieden, zonder dat de commerciële naam gewijzigd wordt. Deze situatie impliceert tevens dat de nodige voorzichtigheid moet aan de dag gelegd worden wanneer dergelijke producten getest worden. Het gevaar is immers niet denkbeeldig dat, eens een leverancier over een goed testrapport beschikt, overgeschakeld wordt op een basisproduct van mindere kwaliteit, zonder dat dit uit de commerciële naam of uit de bijgeleverde documentatie blijkt. Het is dus noodzakelijk om tijdens een testprogramma de onderzochte producten voldoende nauwkeurig te identificeren.

gevallen wordt het spectrum opgenomen met 20-100 scans in het gebied van 400 tot 4000 cm^{-1} .

Gaschromatografie-Massaspectroscopie (GC-MS) laat de identificatie toe van vluchtige bestanddelen zoals solvent, silaan - en oligomere siloxaan verbindingen. De techniek is gebaseerd op het scheiden van het mengsel in zijn componenten die elk afzonderlijk worden geïdentificeerd door MS.

- Bepaling van het gehalte aan reactieve groepen van silanen en siloxanen door titrimetrie

Het gehalte aan reactieve groepen, dat in verband kan gebracht worden met de lengte van de molecule, wordt bepaald door volumetrische titratie. Met deze techniek wordt informatie bekomen over de aard van het actieve bestanddeel (silaan, oligomeer siloxaan of polymeer siloxaan) naast de indicatie van een eventuele veroudering van het product.

Bij wijze van voorbeeld omvat volgende productfiche de resultaten van de chemische analyse.

2.3. Controle

- Bepaling van het gehalte aan droge stof door gravimetrie

0.5 g van het product wordt afgewogen in een aluminiumschuitje en bewaard bij 20°C en 40 % R.V. Op geregelde tijdstippen wordt het schuitje gewogen. Wanneer een constant gewicht bereikt wordt kan uit het gewichtsverlies het gehalte aan droge stof berekend worden.

Indien alle product blijkt te verdampen of indien na maximum 1 week zich nog geen vaste stof gevormd heeft, wordt de proef herhaald. Het aluminiumschuitje wordt dan wel op voorhand gevuld met 5 g gemalen steen. Als steensoort wordt een materiaal gekozen dat identiek is aan de ondergrond waarop het product zal getest worden. Vervolgens wordt dezelfde procedure gevolgd als hierboven beschreven. Het resultaat wordt uitgedrukt in gew. % t.o.v. de oorspronkelijke hoeveelheid afgewogen vloeistof.

- Bepaling van de chemische samenstelling van het oplosmiddel en van de actieve stof met behulp van FTIR en/of GCMS.

Identificatie met Fourier Transformatie Infrarood (FT-IR) is gebaseerd op de IR absorptie van moleculen. In het bekomen spectrum worden de absorptie signalen gecorreleerd met de aanwezigheid van bepaalde bindingen. Het patroon maakt de identificatie mogelijk van de aard van het solvent en van de actieve stof.

De aangewende techniek is de Kaliumbromide (KBr) - techniek. Hiervoor wordt 0.25 g KBr samengeperst in een moule onder vacuüm bij 250 bar druk, waardoor een transparante pastille wordt bekomen. Hierop wordt een druppel hydrofobeermiddel aangebracht, waarna de pastille in het FTIR toestel wordt geplaatst. Voor de analyse van het uitgeharde hydrofobeermiddel wordt 10 mg van dit laatste gemengd met 0.25 g KBr. Hiervan wordt een transparante pastille gemaakt zoals hierboven beschreven. In beide gevallen wordt het spectrum opgenomen met 20-100 scans in het gebied van 400 tot 4000 cm^{-1} .

Gaschromatografie-Massaspectroscopie (GC-MS) laat de identificatie toe van vluchtige bestanddelen zoals solvent, silaan - en oligomere siloxaanverbindingen. De techniek is gebaseerd op het scheiden van het mengsel in zijn componenten die elk afzonderlijk worden geïdentificeerd door MS.

3. Besluit

De bedoeling van de chemische identificatie van hydrofobeersmiddelen is tweërlei. Enerzijds wordt zij uitgevoerd in het kader van een testrapport, teneinde de initiële samenstelling te bepalen en deze te correleren met waargenomen eigenschappen na de behandeling ervan op diverse substraten. Anderzijds wordt ze uitgevoerd als productcontrole. Vaak wordt immers vastgesteld dat producten geleverd op de werf niet voldoen aan de specificaties vermeld in het lastenboek.

In het IRPA-KIK werd een identificatieprocedure op punt gesteld die het mogelijk maakt met behulp van diverse technieken de aard en hoeveelheid van het actief bestanddeel, de aard van het solvent en het type katalysator te analyseren. Samen met de opgebouwde databank van oppervlaktebehandelingsproducten laat dit toe een efficiënte product controle uit te voeren en tijdig in te grijpen indien niet aan de beschreven specificaties wordt voldaan.

traitement, pouvant entraîner un certain pourcentage d'humidité dans les échantillons d'essais. En ce qui concerne le conditionnement à 5°C, il est fort peu probable qu'il entraîne une quelconque

humidité des matériaux, l'objectif principal recherché étant plus que probablement le contrôle de la réactivité des produits aux températures minimales d'application.

3. Essais menés en laboratoires

En réunion de la commission d'accompagnement de la recherche, lors de la discussion des conditionnements souhaitables avant et après traitements d'hydrofugation, il a été souhaité une reconnaissance préalable des humidités d'équilibres des matériaux retenus pour les essais pour quelques ambiances types, à savoir:

- en ambiance climatisée de laboratoire, 20°C et 50% HR;
- en chambre humide, 20°C, 90 % HR;
- le conditionnement standardisé CSTC (2 heures d'immersion et 48 heures à 20°C,50%HR)

Les différentes valeurs obtenues sont reprises au tableau en page 3.

4. Remarques

Pour les **briques et les pierres calcaires**, les conditionnements en laboratoire ou en chambre humide n'influencent que très peu l'humidité des éprouvettes. Des humidités de 0,02 à 0,04 % sont obtenues en ambiance laboratoire et de 0,03 à 0,12 % en chambre humide.

Pour les **blocs silico-calcaires et les bétons** l'humidité liée au conditionnement est plus sensible, sans être spécialement élevée et l'on note des valeurs de 0,25 à 0,27 % en ambiance labo et 1,06 à 1,58 en chambre humide.

Si l'on compare les valeurs d'humidité obtenues après le conditionnement tel que prévu dans la procédure d'essais standardisée (2 heures d'immersion et 48 heures de séchage en ambiance de 20°C et 50% HR), à celles obtenues en chambre humide, on constate des valeurs d'humidité relativement voisines pour les blocs silico-calcaires, les bétons et les pierres naturelles et des valeurs sensiblement plus élevées pour les 2 supports de brique de terre cuite.

SSTC - TRAITEMENTS HYDROFUGES

CSTC

Essais croisés de mesures de répartition porométrique au porosimètre Micromeritics**1. Préambule**

Dans l'optique de l'identification des matériaux, la répartition des pores apparaît comme une technique fiable et très précise de caractérisation. De plus, la connaissance de la porosité totale et de la répartition de cette porosité en fonction des diamètres des pores, permet une compréhension meilleure des potentialités de pénétration des produits de traitement dans la structure des matériaux.

Profitant des possibilités de mesures de porosité semblables dans les laboratoires du CSTC et de l'IRPA et de l'usage d'appareils de même marque, il a été décidé de réaliser une série d'essais croisés. Ces essais visent à examiner les écarts éventuels observés au niveau des résultats et d'en rechercher les causes potentielles.

2. Matériaux retenus pour les essais

Parmi les supports étudiés dans le cadre de la procédure d'essais "hydrofuges", trois matériaux ont été sélectionnés pour les essais croisés, à savoir:

- le mortier élaboré suivant EN 196-1, avec un facteur E/C de 0,3 et un sable M.31
- le bloc silico-calcaire RCK
- la brique de terre-cuite de type Koramic-Quiryren

Les caractéristiques de ces matériaux se retrouvent en page suivante.

3. Essais croisés de porosité

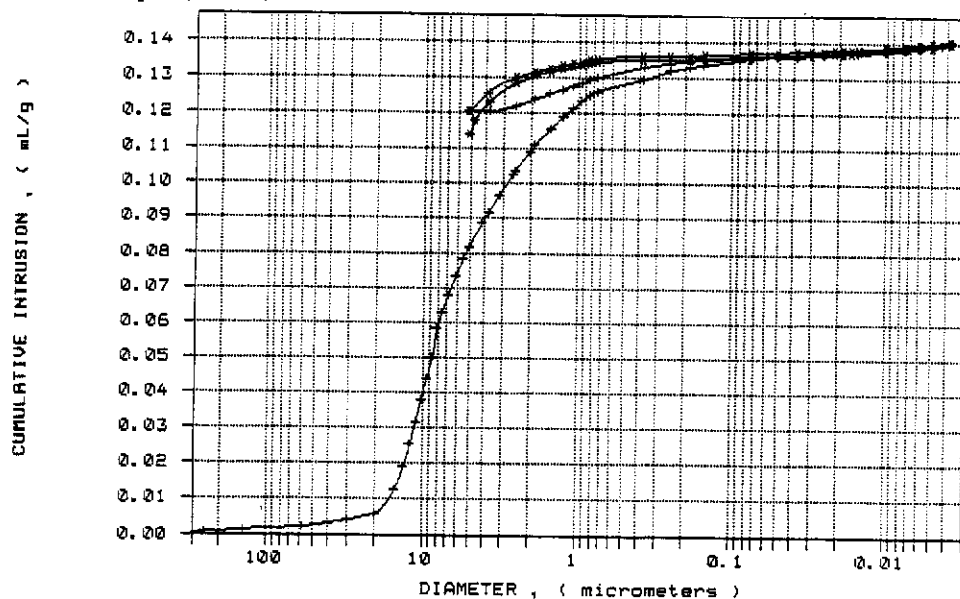
Pour chacun des 3 supports, un prélèvement représentatif de quelques cm³ a été réalisé afin de permettre la découpe des échantillons d'essais destinés aux essais auprès des 2 laboratoires. Ces échantillons sont donc directement voisins, ce qui devrait réduire l'erreur liée à l'hétérogénéité inhérente aux matériaux naturels.

Chacun des échantillons a fait l'objet de mesures semblables à l'aide des porosimètres de type Micromeritics respectivement au CSTC et à l'IRPA.

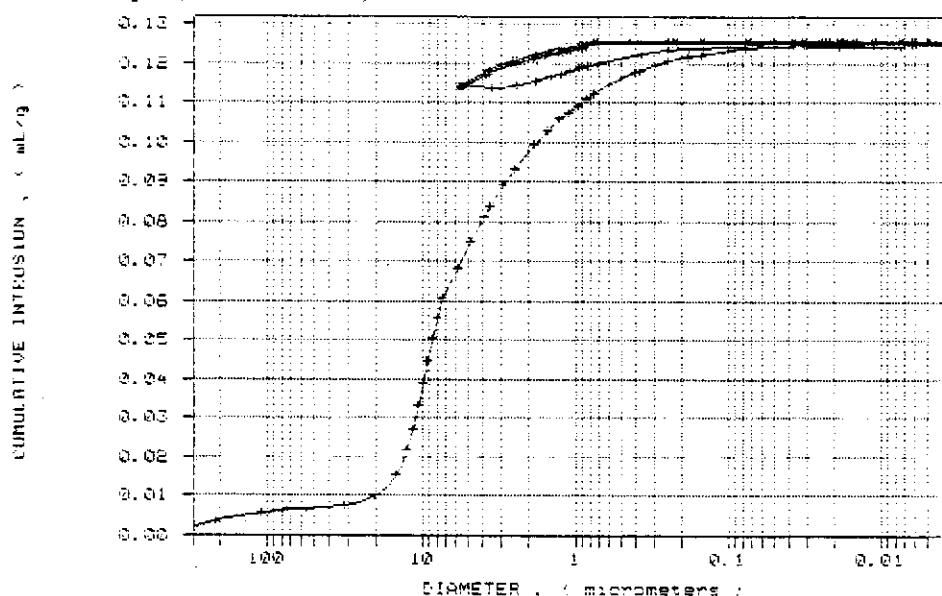
Parmi les différentes valeurs issues des mesures de porosité, le tableau ci-après renseigne, comparativement pour les 2 laboratoires, 3 valeurs types parmi les plus représentatives, à savoir: le diamètre moyen des pores, la densité apparente et la porosité totale. Les graphiques détaillés des dimensions des pores sont repris aux pages 3 à 5.

MATERIAUX	Caractéristique	Mesures CSTC	Mesures IRPA-1	Mesures IRPA-2
Brique	median pore Ø	6.6266 µm	6.2821 µm	6.9837 µm
	bulk density	1.9916	1.9599	1.9634
	total porosity(vol)	27.99 %	26.05 %	24.70 %
Bloc silico-calcaire	median pore Ø	0.2062 µm	1.5097 µm	0.4668 µm
	bulk density	2.0048	1.9978	2.0004
	total porosity(vol)	25.07 %	17.90 %	21.22 %
Mortier EN 196-1	median pore Ø	97.2950 µm	86.4230 µm	-
	bulk density	1.9416	1.8508	-
	total porosity(vol)	29.62 %	29.33 %	-

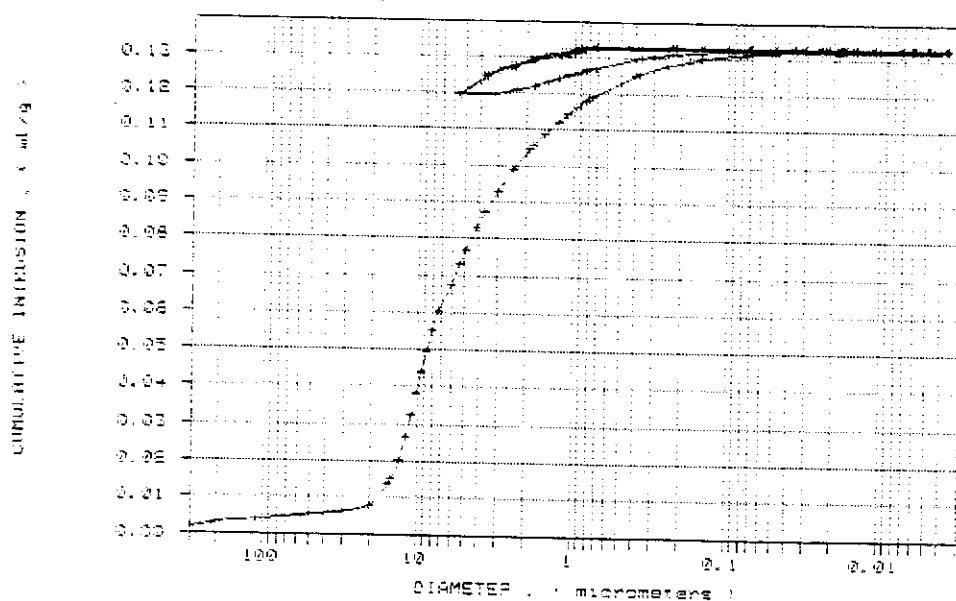
Répartition de pores de l'échantillon de brique (CSTC)



Répartition des pores de l'échantillon de brique (IRPA- 1^{er} essai)

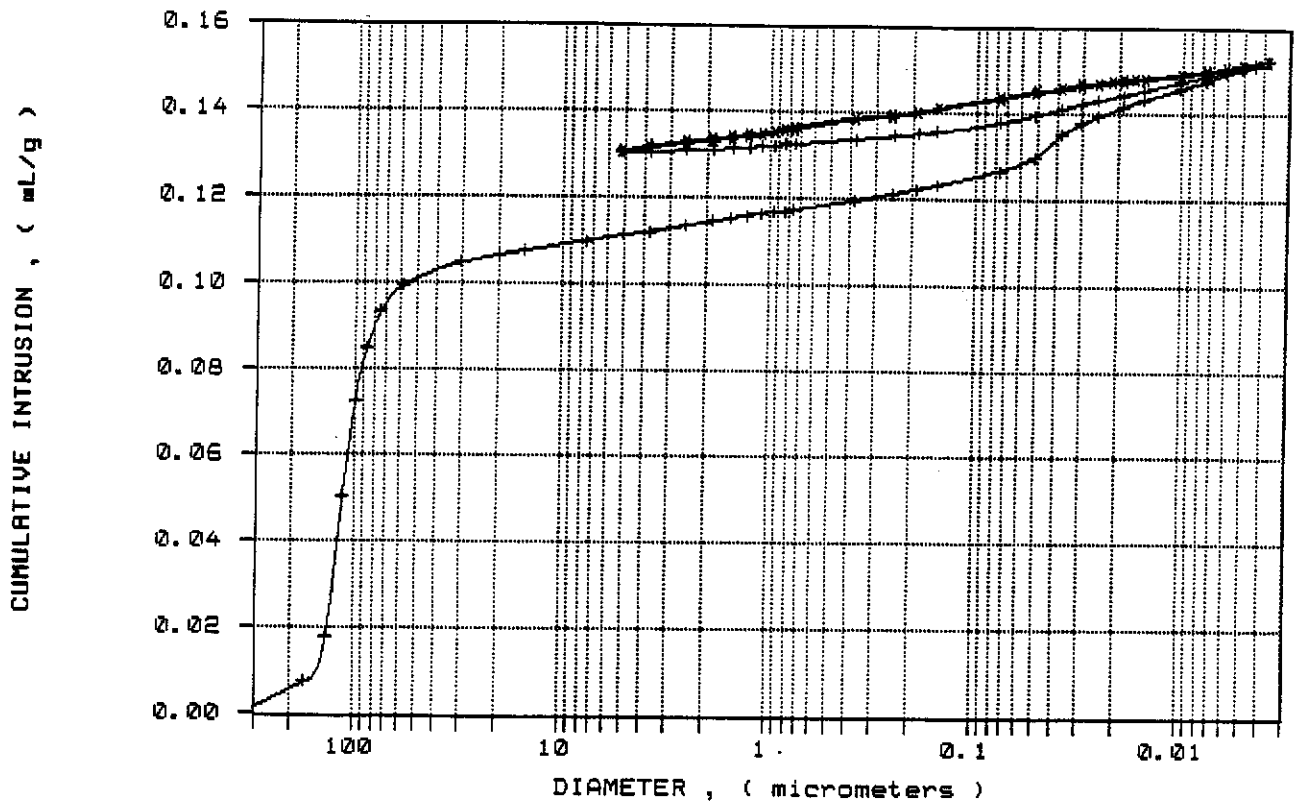


Répartition des pores de l'échantillon de brique (IRPA- 2^{ème} essai)

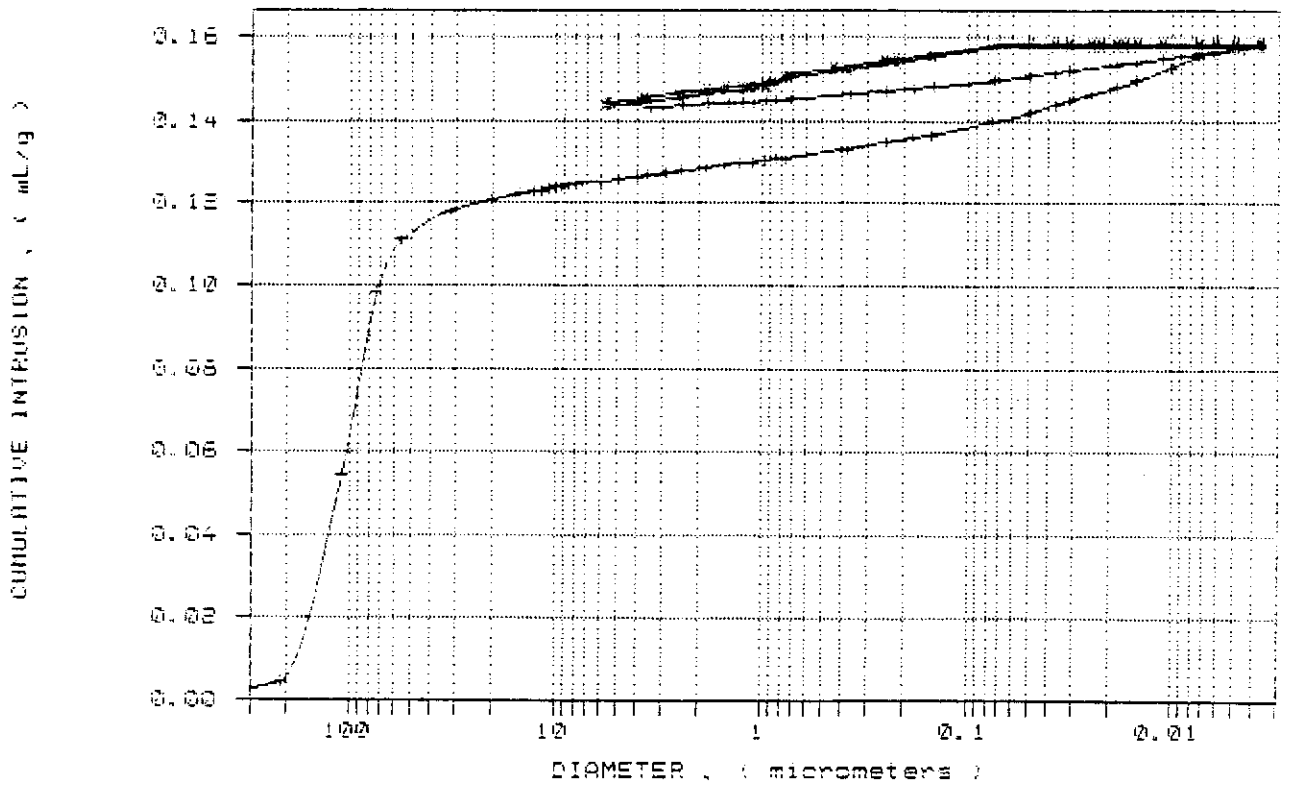


RESULTATS COMPARATIFS DE REPARTITION DES PORES DU MORTIER

Répartition des pores de l'échantillon de mortier suivant EN 196-1 (CSTC)



Répartition des pores de l'échantillon de mortier EN 196-1 (IRPA)



DWTC - KIK9706**IRPA-KIK****Waterabsorptiemetingen met het Karsten pijpje op behandelde substraten.****1. Inleiding.**

De efficiëntie van een hydrofobering wordt meestal uitgedrukt onder de vorm van waterabsorptiemetingen met het Karsten pijpje. Hierbij stelt zich de vraag hoelang de meting dient te worden uitgevoerd opdat een resultaat wordt bekomen dat representatief is voor de waterwerende eigenschappen van de behandeling. Is met andere woorden een resultaat van een korte meting (bvb 15 min) indicatief voor het gedrag bij langdurige stortregen? Teneinde dit na te gaan werden op behandelde substraten, die tijdens 15 minuten geen of een verwaarloosbare hoeveelheid water absorberen, metingen uitgevoerd gedurende 1 week.

Daarnaast werd, analoog als beschreven in document KIK9705, de invloed van de hoogte van de waterkolom van het Karsten pijpje op het meetresultaat nagegaan op substraten behandeld met diverse silicone hydrofoberingsmiddelen.

De metingen zijn uitgevoerd met een Karsten pijpje voorzien van een buret om de hoogte van de waterkolom constant te houden.

De geanalyseerde substraten zijn Massangis, Gobertange, Savonnière, Tuffeau de Saint Cyr en Bourg en baksteen.

2. Resultaten.*2.1. Invloed van de meettijd op de waterabsorptie.*

De bedoeling van dit onderzoeksgedeelte is na te gaan in hoeverre een waterabsorptiemeting uitgevoerd op behandelde oppervlakken gedurende een relatief korte meetperiode een indicatie kan geven over het gedrag van bij langdurige stortregen. Hiervoor werd gebruik gemaakt van behandelde monsters waarvan de resultaten van waterabsorptiemetingen gedurende 15 minuten¹ een goede efficiëntie laten vermoeden. Ditmaal werd de meetperiode verlengd tot 1 week. eveneens. Tabel 1 geeft de resultaten weer van waterabsorptiemetingen op verschillende substraten, behandeld met verschillende silicone hydrofoberingsmiddelen² na kunstmatige veroudering. Deze monsters werden enerzijds gemeten gedurende 15 minuten, waarbij de resultaten uitgedrukt zijn als het verschil in absorptie tussen 15 en 5 minuten, en anderzijds gedurende 1 week, resultaten uitgedrukt als de hoeveelheid water geabsorbeerd gedurende deze week.

¹ Initiële hoogte waterkolom : 98 mm

² Behandelingen zijn uitgevoerd door capillaire absorptie op droge monsters gedurende 10 seconden

met deze waarbij na 5 minuten de waterkolom terug tot het maximum wordt aangevuld. Tabel 2 geeft de resultaten weer uitgevoerd op baksteen behandeld met een silicone verbinding na 8 weken veroudering.

Tabel 2 : Waterabsorptiemetingen met het Karsten pijpje op baksteen³ behandeld met een silicone verbinding, volgens de meetprocedure zoals gedefinieerd door de WAC (I) en volgens de procedure waarbij na 5 minuten de waterkolom terug wordt aangevuld tot maximum (II).

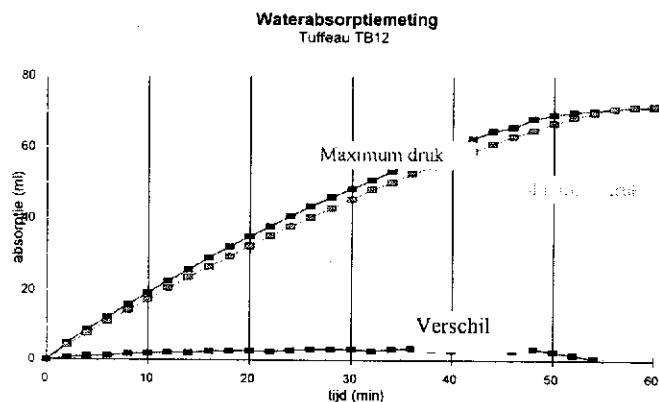
Product	I	II
Goldschm Tegosivin HL100	0.15	0.30
Wacker 1311	1.22	1.20

Uit deze resultaten kan worden besloten dat, gezien de korte meettijd en de relatief grote meetfout, het verschil tussen de resultaten van de twee meettechnieken eerder beperkt is.

2.2.2. Waterabsorptiemetingen onder constante hoogte van de waterkolom.

Analoog als vermeld in KIK9705 werden op behandelde substraten waterabsorptiemetingen uitgevoerd waarbij de hoogte van de waterkolom werd constant gehouden en dit op 2 waarden : maximum niveau (0-niveau) en minimum niveau (4-niveau). De geanalyseerde substraten zijn grotendeels analoog aan deze vermeld in document KIK9705. De monsters zijn zo gekozen dat na de veroudering een waterabsorptie werd gemeten overeenstemmende met een WAC van minimaal 0.32 ml. Figuur 1 tem 5 geven de waterabsorptiecurven weer voor Massangis, baksteen en Tuffeau van Saint Cyr en Bourg.

³ Italiaanse baksteen M3, porositeit van $\pm 44\%$



Figuur 5 : Waterabsorptiemeting op Tuffeau de Saint Cyr en Bourg, behandeld met Dégussa WS 405, niet verouderd, uitgevoerd onder maximale waterdruk (98 mm) en minimale waterdruk (27 mm) ; WAC : 7.63 ml.

Uit deze resultaten kan worden besloten dat, vergeleken met de meetresultaten op de onbehandelde substraten, na de behandeling de hoogte van de waterkolom een niet te verwaarlozen invloed uitoefent op de waterabsorptie.

Binnen de metingen die werden uitgevoerd, kunnen globaal vier types van drukinvloeden worden waargenomen, nl :

1. Bij minimale druk treedt geen absorptie op gedurende de meettijd, terwijl een duidelijke absorptie bij maximale druk (figuur 1) wordt waargenomen. Hierdoor is de fout op de hoeveelheid geabsorbeerd water door variatie van de hoogte van de waterkolom tijdens waterabsorptiemetingen maximaal. Dit voorbeeld impliceert tevens dat dergelijke behandelingen in de praktijk bestand zijn tegen waterdoorslag tijdens regen en een lage windkracht, maar niet noodzakelijk bij hoge windkracht.

2. In figuur 2 en 3 wordt een lage absorptie bij minimale druk en hogere absorptie bij maximale druk waargenomen. Het verschil in geabsorbeerde hoeveelheid water ten gevolge van het verschil in hydrostatische druk stijgt sterk gedurende de eerste 5 tot 10 minuten. Na deze meettijd wordt hetzij een vrijwel constant verschil gemeten (figuur 3) of stijgt dit verschil met

3. Besluit.

In het kader van een onderzoek naar de invloed van de meettijd, werden op behandelde substraten waarvan de WAC-waarde een goede efficiëntie impliceert, waterabsorptiemetingen uitgevoerd tijdens een totale meettijd van 1 week. Uit deze resultaten kan worden besloten dat een goed resultaat bekomen na 15 minuten niet specifiek conform is met resistentie tegen waterdoorslag tijdens langdurige blootstelling aan water onder verhoogde druk. Hierbij dient natuurlijk de vraag te worden gesteld in hoeverre deze meettechniek in de praktijk kan worden toegepast.

Uit de resultaten van waterabsorptiemetingen bekomen volgens de procedure die overeenkomt met de WAC definitie, kan voorlopig nog niet worden geconcludeerd of het zinvol is na 5 minuten de hoogte van de waterkolom aan te vullen tot 98 mm.

Daarnaast werden waterabsorptiemetingen op behandelde substraten uitgevoerd waarbij de hoogte van de waterkolom werd constant gehouden op 2 extreme niveaus. Behalve voor de Tuffeau van Saint Cyr en Bourg, wordt een verhoogde absorptie waargenomen bij de waterdruk van 98 mm in vergelijking met deze bij 27 mm hoogte.

Uit deze studie kan worden vastgesteld dat de waterabsorptiemetingen uitgevoerd volgens de procedure waarop de WAC gebaseerd is, indicatief is voor het waterabsorberend gedrag van behandelingen die niet efficiënt zijn en van onbehandelde substraten. Alhoewel, ook hier is het aangewezen de druk tijdens de meting op een constant niveau te fixeren.

Daarnaast is voor behandelingen waarvan de WAC waarde een goede efficiëntie impliceert het aangeraden de meting uit te voeren gedurende minimum 1 dag.

De toepasbaarheid van deze methodes in de praktijk dient natuurlijk in vraag worden gesteld.

3- Paramètres de mesure

Quelle que soit la méthodologie retenue, le choix des paramètres de mesure est d'autant plus problématique que l'on tient compte des contraintes réelles d'exposition des façades aux pluies et notamment de l'influence de la pression liée à la vitesse des vents et de la durée des sollicitations. L'effet du vent est simulé par la hauteur de la colonne d'eau en cas de mesure d'absorption à la pipe en verre ou par la profondeur de l'immersion pour les essais de capillarité sous eau. La durée des sollicitations intervient dans la durée totale des mesures considérées.

Afin de mieux connaître les potentialités de contraintes réelles et de pouvoir définir les paramètres de mesure correspondants, des contacts ont été pris avec l'Institut Royal Météorologique. Les principales informations recueillies concernant les valeurs maximales observées dans notre pays sont résumées ci-après.

3.1- Durée des pluies

Le tableau 1 ci-après, extrait du rapport ISSN 0020-255X de l'IRM, reprend les durées maximales de précipitation et leurs fréquences probables pour les différents mois de l'année.

Fractiles (en h) de durée moyenne de retour T des durées maximales des précipitations à Uccle, pour chaque mois et pour l'année.

Mois	T = 2	5	6	10	25	30	50	100
1	7,6	11,1	11,8	14,2	16,7	17,4	19,2	21,7
2	7,5	10,9	11,5	13,9	16,4	17,0	18,8	21,2
3	7,0	10,2	10,8	13,0	15,3	15,9	17,6	19,8
4	6,3	9,2	9,8	11,8	13,9	14,4	15,9	18,0
5	5,7	8,3	8,8	10,6	12,5	13,0	14,4	16,3
6	5,3	7,7	8,2	9,8	11,6	12,0	13,3	15,0
7	5,1	7,5	7,9	9,5	11,2	11,7	12,9	14,5
8	5,2	7,6	8,1	9,7	11,5	11,9	13,1	14,8
9	5,6	8,1	8,6	10,4	12,3	12,7	14,1	15,9
10	6,2	9,0	9,5	11,5	13,5	14,0	15,5	17,5
11	6,8	9,9	10,5	12,7	15,0	15,5	17,2	19,4
12	7,4	10,8	11,4	13,7	16,2	16,8	18,6	21,0
Année	13,2	16,7	17,3	19,1	22,3	23,0	24,8	26,9

Si l'on considère par exemple une fréquence probable d'une fois tous les 10 ans, on peut s'attendre à des pluies de durée maximale de 14,2 heures dans le courant du mois de l'année le plus défavorable (janvier). Il faut noter que le mois de janvier se caractérise par des précipitations de longues durées (perturbations cycloniques), par opposition au mois de juillet où l'on constate des précipitations globalement plus importantes mais de courtes durées (orages).

3.2- Force des vents

Le tableau 2 ci-après, extrait du document de l'IRM précité, renseigne les vitesses des vents par temps de pluie dans le centre du pays.

4- Remarques

Si, dans le cadre de la procédure d'essai à développer, on souhaite se limiter à des tests relativement simples et représentatifs des contraintes réelles, il pourrait-être judicieux de retenir:

- la **mesure d'absorption d'eau sous basse pression** à la pipe en verre, comme mesure représentative, rapide et simple, utilisable en laboratoire et in situ;

- l'**absorption capillaire** comme mesure complémentaire précise de laboratoire, en tenant compte qu'elle ne simule pas l'effet de pression du vent.

Pour simuler la pression du vent lors de l'absorption à la pipe en verre, des hauteurs de colonnes d'eau de l'ordre de 98 mm (pression de vent de l'ordre de 142 km/h) sont à considérer comme suffisantes car elles représentent des conditions exceptionnelle que l'on peut rencontrer à la côte environ une fois toutes les 10 années, ou dans le centre du pays tous les 100 ans !

Pour la durée de la mesure, on se trouve partagé entre des durées maximales de pluies qui peuvent atteindre plus de 10 heures avec des vents moyens qui ne dépassent pas en moyenne les 25 km/h et le fait que les pointes maximales de vent ne concernent que de très courtes durées (qui peuvent se répéter au cours d'une même tempête).

Ceci pourrait inciter à garder des temps de mesure relativement faibles de l'ordre de 15, 30 ou 60 minutes sous une pression importante (98 mm de colonne d'eau) pour la pipe en verre et de réserver des temps nettement plus longs (jusqu'à 12 ou 24 heures) pour les essais d'absorption capillaire simple

3. Mesures et constatations

Les constatations et mesures réalisées reprennent :

- **les paramètres de mise en œuvre** : humidité à l'application des produits et quantités appliquées
- **l'efficacité** par absorption basse pression à la pipe en verre, par absorption capillaire et par angle de contact sur certaines éprouvettes ;
- **des mesures d'influence sur l'aspect** de surface des matériaux par Gloss-meter (angle de 60°) et colorimètre Minolta (système L*,a*,b* et géométrie d/0);
- **des mesures d'influence sur les propriétés hydriques** par diffusion de vapeur d'eau et par définition des vitesses d'évaporation.

A titre d'exemple, un tableau récapitulatif des modalités d'essais se retrouve ci-après en page 2 pour un des six supports (brique de Ghlin), en sachant que pour les 5 autres supports, toutes les conditions restent similaires à l'exception de la mesure de l'angle de contact qui n'est pas retenue pour ces matériaux.

Notons pour compléter ce tableau, que pour chacun des 3 produits hydrofuges testés, il est prévu une plaquette circulaire en terre-cuite pour les essais de diffusion de vapeur d'eau (mesure sur le même échantillon avant et après traitement).

4. Résultats des essais et remarques

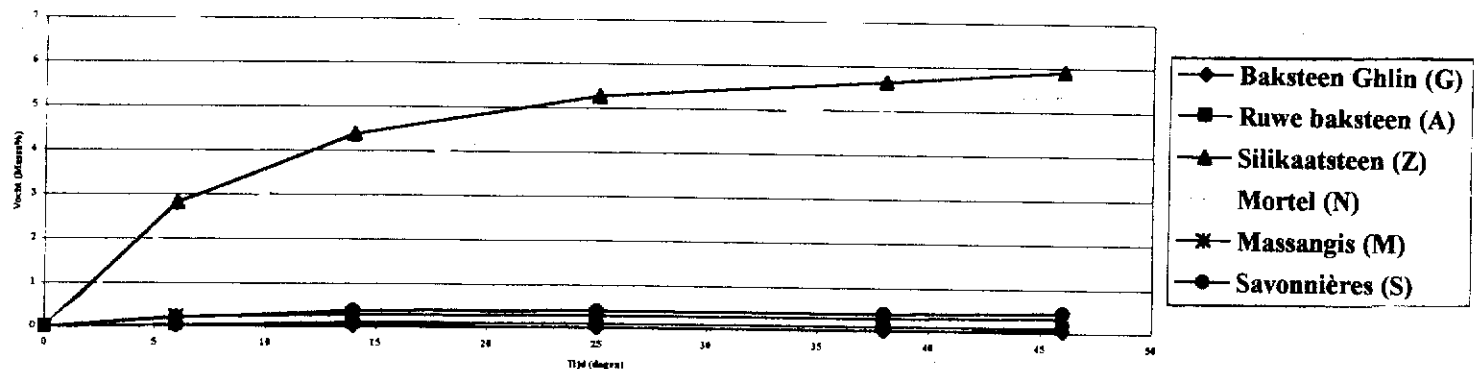
4.1 Humidité des éprouvettes lors de l'application des produits

Les résultats des applications pour les 6 supports retenus et les 3 produits hydrofuges (y compris les éprouvettes de référence non traitées) sont repris aux tableaux 4.1.1 à 4.1.6 aux pages 3 à 5 ci-après.

Remarques

Il est à noter que les humidités d'équilibre lors du conditionnement à 90%HR et 20°C, si elles sont relativement faibles et atteintes assez rapidement pour les pierres naturelles et les briques de terre cuite, sont nettement plus élevées et ne se stabilisent que très lentement dans le cas des matériaux hydrauliques (silico-calcaire et mortier). Le graphique ci-après donne, pour les 6 supports, une idée de la cinétique de prise d'humidité dans les conditions ambiantes de 90% HR et 20°C.

SSTC 1998 - CONDITIONING MONSTERS 90 % RH
Open air water



Au niveau de la dispersion des pourcentages d'humidité au moment de l'application des produits, les graphiques résumés en page 6 permettent de se rendre compte des écarts mesurés pour les différents matériaux supports.

Savonnières: (S)	Droge massa (g): (droging 60°C)	Massa: (g)		Vocht (%)	Verschil: (g)	Produktthoev.: (g/m ²)
		voor *:	na:			
SPS - 1	226.64	227.73	229.68	0.48	1.95	260
SPS - 2	216.10	216.93	219.91	0.38	2.98	397
SPC - 1	220.31	221.15	223.67	0.38	2.52	336
SPC - 2	221.30	222.11	224.51	0.37	2.40	320
SPP - 1	225.85	226.78	228.82	0.41	2.04	272
SPP - 2	221.63	222.52	224.58	0.40	2.06	275
SOS - 1	221.38	222.35	225.06	0.44	2.71	361
SOS - 2	214.79	215.67	218.61	0.41	2.94	392
SOC - 1	219.51	220.45	222.91	0.43	2.46	328
SOC - 2	221.04	222.00	224.24	0.43	2.24	299
SOP - 1	223.71	224.78	226.59	0.48	1.81	241
SOP - 2	217.29	218.41	220.19	0.52	1.78	237
SES - 1	215.30	216.23	218.74	0.43	2.51	335
SES - 2	221.48	222.36	224.19	0.40	1.83	244
SEC - 1	215.74	216.57	220.04	0.38	3.47	463
SEC - 2	216.95	217.75	220.39	0.37	2.64	352
SEP - 1	212.54	213.40	215.41	0.40	2.01	268
SEP - 2	219.07	219.82	223.41	0.34	3.59	479
SRS - 1	212.37	213.13	-	0.36	Referentiestaal	
SRS - 2	220.57	221.41	-	0.38	Referentiestaal	
SRC - 1	226.71	227.63	-	0.41	Referentiestaal	
SRC - 2	224.62	225.47	-	0.38	Referentiestaal	
SRP - 1	214.10	214.89	-	0.37	Referentiestaal	
SRP - 2	208.07	208.89	-	0.39	Referentiestaal	

Gemiddelde:	0.41
Standaardafw.:	0.04

4.1.2.

Massangis: (M)	Droge massa (g): (droging 60°C)	Massa: (g)		Vocht (%)	Verschil: (g)	Produktthoev.: (g/m ²)
		voor *:	na:			
MPS - 1	277.58	278.53	279.55	0.34	1.02	136
MPS - 2	283.32	284.16	285.10	0.30	0.94	125
MPC - 1	284.15	284.94	285.88	0.28	0.94	125
MPC - 2	292.10	292.97	293.94	0.30	0.97	129
MPP - 1	280.64	281.57	282.52	0.33	0.95	127
MPP - 2	288.28	289.19	290.20	0.32	1.01	135
MOS - 1	281.91	282.88	283.66	0.34	0.78	104
MOS - 2	296.43	297.46	298.35	0.35	0.89	119
MOC - 1	281.21	282.19	282.95	0.35	0.76	101
MOC - 2	290.16	291.23	292.09	0.37	0.86	115
MOP - 1	282.38	283.27	284.05	0.32	0.78	104
MOP - 2	285.28	286.25	287.02	0.34	0.77	103
MES - 1	277.50	278.35	279.08	0.31	0.73	97
MES - 2	288.05	288.87	289.63	0.28	0.76	101
MEC - 1	285.14	286.01	286.83	0.31	0.82	109
MEC - 2	285.19	286.14	286.99	0.33	0.85	113
MEP - 1	292.32	293.10	293.89	0.27	0.79	105
MEP - 2	287.49	288.38	289.28	0.31	0.90	120
MRS - 1	285.28	286.12	-	0.29	Referentiestaal	
MRS - 2	285.91	286.89	-	0.34	Referentiestaal	
MRC - 1	281.94	282.85	-	0.32	Referentiestaal	
MRC - 2	292.85	293.69	-	0.29	Referentiestaal	
MRP - 1	292.75	293.55	-	0.27	Referentiestaal	
MRP - 2	281.56	282.34	-	0.28	Referentiestaal	

Gemiddelde:	0.31
Standaardafw.:	0.02

Silikaatsteen: (Z)	Droge massa (g): (droging 60°C)	Massa: (g)		Vocht (%)	Verschil: (g)	Produkthoev.: (g/m ²)
		voor *:	na:			
ZPS - 1	169.63	180.41	187.44	6.36	7.03	937
ZPS - 2	176.02	187.18	194.56	6.34	7.38	984
ZPC - 1	177.21	189.01	193.74	6.66	4.73	631
ZPC - 2	168.93	179.57	185.81	6.30	6.24	832
ZPP - 1	189.81	202.55	208.51	6.71	5.96	795
ZPP - 2	173.03	184.45	190.05	6.60	5.60	747
ZOS - 1	167.95	179.02	185.63	6.59	6.61	881
ZOS - 2	176.34	188.16	193.77	6.70	5.61	748
ZOC - 1	175.86	187.92	191.63	6.86	3.71	495
ZOC - 2	169.80	181.20	185.05	6.71	3.85	513
ZOP - 1	174.14	185.54	192.93	6.55	7.39	985
ZOP - 2	170.00	181.19	185.98	6.58	4.79	639
ZES - 1	168.38	179.78	186.95	6.77	7.17	956
ZES - 2	174.74	186.69	192.76	6.84	6.07	809
ZEC - 1	171.25	182.53	189.87	6.59	7.34	979
ZEC - 2	159.12	169.01	178.29	6.22	9.28	1237
ZEP - 1	169.11	180.14	191.45	6.52	11.31	1508
ZEP - 2	168.47	179.50	189.32	6.55	9.82	1309
ZRS - 1	173.34	184.37	-	6.36	Referentiestaal	
ZRS - 2	166.64	177.91	-	6.76	Referentiestaal	
ZRC - 1	171.79	182.54	-	6.26	Referentiestaal	
ZRC - 2	175.59	186.97	-	6.48	Referentiestaal	
ZRP - 1	178.69	190.60	-	6.67	Referentiestaal	
ZRP - 2	172.85	183.58	-	6.21	Referentiestaal	

Gemiddelde:	6.55
Standaardafw.:	0.20

4.1.6

Mortel: (N)	Droge massa (g): (droging 60°C)	Massa: (g)		Vocht (%)	Verschil: (g)	Produkthoev.: (g/m ²)
		voor *:	na:			
NPS - 1	216.37	228.32	229.35	5.52	1.03	137
NPS - 2	226.33	239.18	239.97	5.68	0.79	105
NPC - 1	217.18	230.16	231.00	5.98	0.84	112
NPC - 2	224.45	236.81	237.83	5.51	1.02	136
NPP - 1	215.53	227.39	228.43	5.50	1.04	139
NPP - 2	216.22	228.25	229.18	5.56	0.93	124
NOS - 1	225.06	237.79	238.73	5.66	0.94	125
NOS - 2	217.88	230.46	231.28	5.77	0.82	109
NOC - 1	227.49	241.27	242.02	6.06	0.75	100
NOC - 2	227.41	240.67	241.38	5.83	0.71	95
NOP - 1	206.73	218.45	219.26	5.67	0.81	108
NOP - 2	219.19	231.79	232.59	5.75	0.80	107
NES - 1	222.67	236.45	237.76	6.19	1.31	175
NES - 2	219.35	232.14	233.26	5.83	1.12	149
NEC - 1	220.61	234.28	235.48	6.20	1.20	160
NEC - 2	216.16	228.66	229.71	5.78	1.05	140
NEP - 1	224.66	238.65	239.87	6.23	1.22	163
NEP - 2	216.92	230.60	231.53	6.31	0.93	124
NRS - 1	223.15	235.84	-	5.69	Referentiestaal	
NRS - 2	219.95	232.40	-	5.66	Referentiestaal	
NRC - 1	221.86	234.37	-	5.64	Referentiestaal	
NRC - 2	221.96	235.56	-	6.13	Referentiestaal	
NRP - 1	211.82	224.54	-	6.01	Referentiestaal	
NRP - 2	225.90	238.39	-	5.53	Referentiestaal	

Gemiddelde:	5.82
Standaardafw.:	0.25

4.2 Quantités de produit appliquées

En ce qui concerne les quantités mise en œuvre suivant la méthode de contact de 5 secondes, on note :

- des valeurs de 230 à 460 g/m² pour la pierre de Savonnières, avec une dispersion due à l'hétérogénéité des pierres qui semble supérieure aux différences liées aux 3 produits hydrofuges testés ;
- pour la pierre de Massangis des quantités nettement plus faibles (entre 100 et 130 g/m²) de même que la dispersion des résultats ;
- des quantités appliquées sur la brique rugueuse qui, comme pour la pierre de Savonnières, sont importantes de même que la dispersion élevée (entre 500 et 800 g/m²) ;
- pour la brique lisse des quantités faibles et une dispersion relativement élevée qui semble plus liée au support qu'aux produits testés (95 à 240 g/m²) ;
- des quantités appliquées et une dispersion faibles sur le mortier standardisé (100 à 175 g/m²) ;
- le caractère très absorbant du matériau silico-calcaire qui se traduit par des quantités appliquées très élevées et qui peuvent atteindre. 1500 g/m².

Si les quantités utilisées, suivant que l'on applique des produits de type silicone oligomère, polymère ou d'émulsion aqueuse, sont de manière logique sensiblement différentes, les écarts observés sont voisins de ceux que l'on peut observer suite à l'inévitable hétérogénéité des matériaux supports.

4.3 Mesures de l'efficacité des traitements

4.3.1 Mesure de l'absorption d'eau sous basse pression (pipe en verre)

Les valeurs d'absorption, avant et après traitements d'hydrofugation, obtenues entre la 5^{ème} et la 15^{ème} minute de mesure sont reprises aux tableaux 4.3.1.1 à 4.3.1.6 aux pages suivantes.

Remarques

Les valeurs d'absorption d'eau obtenues permettent globalement d'identifier le type de support malgré des écarts importants liés à l'hétérogénéité de porosité des supports et à la présence de cavité et/ou fissures.

De même, ces mesures indiquent très clairement le fait que les supports aient ou non fait l'objet d'un traitement et l'efficacité de l'hydrofuge appliqué.

A ce sujet, notons l'efficacité des traitements :

- bonne globalement sur la pierre de Massangis,
- assez faible sur la pierre de Savonnières,
- excellente sur les 2 types de briques et le bloc silico-calcaire,
- moyenne sur le mortier standardisé.

Bien qu'il soit difficile initialement de pouvoir tirer des enseignements quant aux performances comparatives des produits, il est possible de constater une certaine faiblesse de départ du produit en émulsion sur la pierre de Savonnières, le mortier et le bloc silico-calcaire. Remarquons que les mesures d'absorption d'eau réalisées à 2 reprises sur les éprouvettes de référence non traitées montrent, de manière légère mais systématique, une diminution des absorptions d'eau lorsque les autres éprouvettes ont fait l'objet d'un traitement. Ce phénomène, déjà observé lors de recherches précédentes, semble lié à des transferts de produits sous forme gazeuse entre les échantillons d'essais.

Mesures d'absorption à la pipe en verre avant et après traitement pour la pierre de Massangis

Massangis: (M)	Tijd:		Verschil: (ml)
	5 min.:	15 min.:	
MPS - 1	0.20	0.39	0.19
	0.15	0.25	0.10
MPS - 2	0.20	0.31	0.11
	0.23	0.43	0.20
MPC - 1	0.22	0.45	0.23
	0.39	0.68	0.29
MPC - 2	0.20	0.35	0.15
	0.28	0.56	0.28
MPP - 1	0.20	0.35	0.15
	0.12	0.21	0.09
MPP - 2	0.32	0.52	0.20
	0.15	0.23	0.08
MOS - 1	0.29	0.46	0.17
	0.15	0.23	0.08
MOS - 2	0.22	0.39	0.17
	0.20	0.36	0.16
MOC - 1	0.12	0.21	0.09
	0.23	0.39	0.16
MOC - 2	0.17	0.26	0.09
	0.10	0.20	0.10
MOP - 1	0.06	0.10	0.04
	0.21	0.30	0.09
MOP - 2	0.17	0.28	0.11
	0.24	0.38	0.14
MES - 1	0.15	0.24	0.09
	0.23	0.42	0.19
MES - 2	0.26	0.41	0.15
	0.17	0.23	0.06
MEC - 1	0.15	0.28	0.13
	0.23	0.48	0.25
MEC - 2	0.21	0.39	0.18
	0.14	0.28	0.14
MEP - 1	0.36	0.52	0.16
	0.48	0.77	0.29
MEP - 2	0.19	0.31	0.12
	0.18	0.26	0.08
MRS - 1	0.29	0.40	0.11
	0.15	0.26	0.11
MRS - 2	0.13	0.20	0.07
	0.23	0.40	0.17
MRC - 1	0.20	0.25	0.05
	0.19	0.29	0.10
MRC - 2	0.19	0.30	0.11
	0.24	0.40	0.16
MRP - 1	0.23	0.40	0.17
	0.15	0.20	0.05
MRP - 2	0.20	0.31	0.11
	0.25	0.40	0.15

Massangis: (M)	Tijd:		Verschil: (ml)
	5 min.:	15 min.:	
MPS - 1	0.21	0.22	0.01
	0.13	0.14	0.01
MPS - 2	0.24	0.26	0.02
	0.31	0.32	0.01
MPC - 1	0.20	0.21	0.01
	0.34	0.39	0.05
MPC - 2	0.12	0.21	0.09
	0.28	0.28	0.00
MPP - 1	0.21	0.23	0.02
	0.18	0.20	0.02
MPP - 2	0.10	0.11	0.01
	0.14	0.18	0.04
MOS - 1	0.20	0.21	0.01
	0.22	0.27	0.05
MOS - 2	0.20	0.20	0.00
	0.14	0.16	0.02
MOC - 1	0.12	0.14	0.02
	0.10	0.12	0.02
MOC - 2	0.10	0.12	0.02
	0.30	0.33	0.03
MOP - 1	0.11	0.13	0.02
	0.13	0.21	0.08
MOP - 2	0.10	0.10	0.00
	0.11	0.13	0.02
MES - 1	0.10	0.12	0.02
	0.20	0.24	0.04
MES - 2	0.20	0.23	0.03
	0.31	0.40	0.09
MEC - 1	0.11	0.13	0.02
	0.17	0.20	0.03
MEC - 2	0.16	0.19	0.03
	0.10	0.13	0.03
MEP - 1	0.20	0.22	0.02
	0.20	0.22	0.02
MEP - 2	0.20	0.21	0.01
	0.14	0.18	0.04
MRS - 1	0.12	0.22	0.10
	0.35	0.50	0.15
MRS - 2	0.26	0.39	0.13
	0.20	0.26	0.06
MRC - 1	0.20	0.30	0.10
	0.11	0.20	0.09
MRC - 2	0.20	0.30	0.10
	0.18	0.30	0.12
MRP - 1	0.30	0.42	0.12
	0.18	0.22	0.04
MRP - 2	0.15	0.24	0.09
	0.39	0.59	0.20

Gemiddelde:	0.14
Standaardafwijking:	0.06

Mesures d'absorption à la pipe en verre avant et après traitement pour la brique rugueuse

Ruwe baksteen: (A)	Tijd:		Verschil: (ml)
	5 min.:	15 min.:	
APS - 1	4 ml in 2 min 13s		18
	4 ml in 2 min 18s		17
APS - 2	4 ml in 2 min 31s		16
	4 ml in 2 min 33s		16
APC - 1	4 ml in 3 min 20s		12
	4 ml in 3 min 16s		12
APC - 2	4 ml in 1 min 47s		22
	4 ml in 2 min 20s		17
APP - 1	4 ml in 2 min 26s		16
	4 ml in 2 min 21s		17
APP - 2	4 ml in 2 min 2s		20
	4 ml in 1 min 50s		22
AOS - 1	4 ml in 2 min 30s		16
	4 ml in 2 min 11s		18
AOS - 2	4 ml in 2 min 2s		20
	4 ml in 1 min 57s		21
AOC - 1	4 ml in 2 min 22s		17
	4 ml in 2 min 34s		16
AOC - 2	4 ml in 2 min 16s		18
	4 ml in 1 min 50s		22
AOP - 1	4 ml in 1 min 55s		21
	4 ml in 1 min 57s		21
AOP - 2	4 ml in 3 min 17s		12
	4 ml in 5 min 8s		8
AES - 1	4 ml in 2 min 9s		19
	4 ml in 1 min 47s		22
AES - 2	4 ml in 2 min 19s		17
	4 ml in 2 min 1s		20
AEC - 1	4 ml in 2 min 43s		15
	4 ml in 2 min 20s		17
AEC - 2	4 ml in 2 min 42s		15
	4 ml in 2 min 12s		18
AEP - 1	4 ml in 1 min 3s		38
	4 ml in 1 min 16s		32
AEP - 2	4 ml in 2 min 24s		17
	4 ml in 2 min 4s		19
ARS - 1	4 ml in 2 min 41s		15
	4 ml in 0 min 28s		86
ARS - 2	4 ml in 2 min 13s		18
	4 ml in 2 min 37s		15
ARC - 1	4 ml in 1 min 30s		27
	4 ml in 2 min 3s		20
ARC - 2	4 ml in 2 min 4s		19
	4 ml in 2 min 17s		18
ARP - 1	4 ml in 1 min 44s		23
	4 ml in 2 min 0s		20
ARP - 2	4 ml in 1 min 41s		24
	4 ml in 2 min 9s		19

Gemiddelde:	20
Standaardafwijking:	11

Ruwe baksteen: (A)	Tijd:		Verschil: (ml)
	5 min.:	15 min.:	
APS - 1	0.10	0.11	0.01
	0.12	0.14	0.02
APS - 2	0.11	0.12	0.01
	0.18	0.20	0.02
APC - 1	0.03	0.09	0.06
	0.11	0.16	0.05
APC - 2	0.10	0.11	0.01
	0.09	0.10	0.01
APP - 1	0.06	0.09	0.03
	0.09	0.10	0.01
APP - 2	0.11	0.14	0.03
	0.15	0.19	0.04
AOS - 1	0.02	0.07	0.05
	0.04	0.08	0.04
AOS - 2	0.02	0.05	0.03
	0.10	0.12	0.02
AOC - 1	0.10	0.11	0.01
	0.08	0.10	0.02
AOC - 2	0.11	0.12	0.01
	0.12	0.16	0.04
AOP - 1	0.07	0.10	0.03
	0.11	0.12	0.01
AOP - 2	0.11	0.16	0.05
	Geen meting mogelijk		
AES - 1	0.55	0.68	0.13
	0.25	0.29	0.04
AES - 2	0.18	0.19	0.01
	0.19	0.20	0.01
AEC - 1	0.10	0.12	0.02
	0.01	0.05	0.04
AEC - 2	0.17	0.20	0.03
	Geen meting mogelijk		
AEP - 1	0.10	0.15	0.05
	0.14	0.30	0.16
AEP - 2	0.19	0.20	0.01
	0.18	0.20	0.02
ARS - 1	4.5 ml in 3 min 5 s		15
	4.5 ml in 2 min 50 s		16
ARS - 2	4.5 ml in 3 min 15 s		14
	4.5 ml in 2 min 40 s		17
ARC - 1	4 ml in 2 min 35 s		16
	4.5 ml in 2 min 30 s		18
ARC - 2	4 ml in 2 min 25 s		17
	4 ml in 2 min 20 s		17
ARP - 1	4 ml in 1 min 44s		23
	4 ml in 2 min 0s		20
ARP - 2	4 ml in 1 min 41s		24
	4 ml in 2 min 9s		19

Mesures d'absorption à la pipe en verre avant et après traitement pour le mortier standardisé

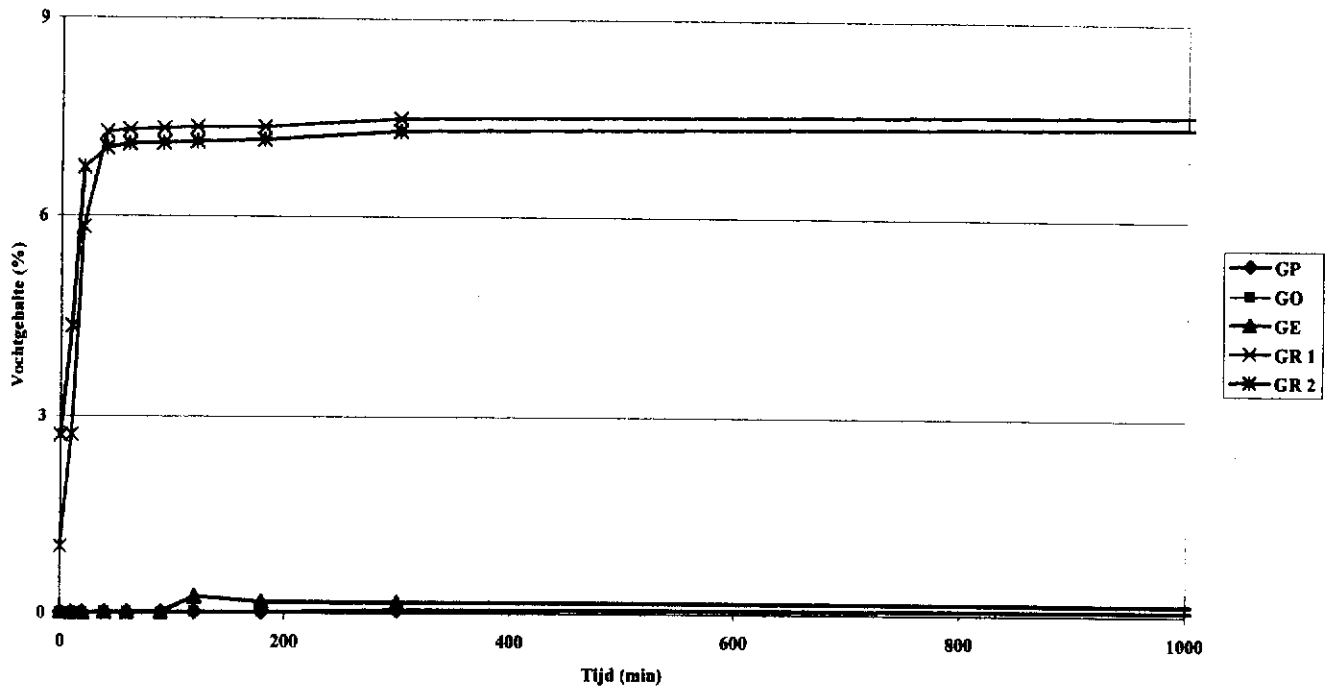
Mortel: (N)	Tijd:		Verschil: (ml)
	5 min.:	15 min.:	
NPS - 1	0.41	0.89	0.48
	0.43	0.93	0.50
NPS - 2	0.34	0.78	0.44
	0.45	0.99	0.54
NPC - 1	0.27	0.60	0.33
	0.23	0.50	0.27
NPC - 2	0.50	1.08	0.58
	0.55	1.12	0.57
NPP - 1	0.40	0.91	0.51
	0.40	0.90	0.50
NPP - 2	0.51	1.11	0.60
	0.43	0.92	0.49
NOS - 1	0.52	1.09	0.57
	0.48	1.00	0.52
NOS - 2	0.40	0.86	0.46
	0.48	0.98	0.50
NOC - 1	0.34	0.71	0.37
	0.39	0.76	0.37
NOC - 2	0.40	0.81	0.41
	0.35	0.72	0.37
NOP - 1	0.49	0.98	0.49
	0.31	0.68	0.37
NOP - 2	0.43	0.98	0.55
	0.43	1.00	0.57
NES - 1	0.29	0.61	0.32
	0.26	0.58	0.32
NES - 2	0.41	1.00	0.59
	0.49	1.10	0.61
NEC - 1	0.35	0.78	0.43
	0.38	0.79	0.41
NEC - 2	0.46	1.10	0.64
	0.52	1.21	0.69
NEP - 1	0.31	0.60	0.29
	0.31	0.65	0.34
NEP - 2	0.30	0.62	0.32
	0.40	0.71	0.31
NRS - 1	0.35	0.73	0.38
	0.50	0.92	0.42
NRS - 2	0.67	1.08	0.41
	0.34	0.75	0.41
NRC - 1	0.45	0.93	0.48
	0.45	0.83	0.38
NRC - 2	0.32	0.61	0.29
	0.31	0.63	0.32
NRP - 1	0.29	0.55	0.26
	0.50	0.82	0.32
NRP - 2	0.52	0.98	0.46
	0.39	0.82	0.43

Gemiddelde:	0.44
Standaardafwijking:	0.11

Mortel: (N)	Tijd:		Verschil: (ml)
	5 min.:	15 min.:	
NPS - 1	0.12	0.20	0.08
	0.19	0.20	0.01
NPS - 2	0.18	0.20	0.02
	0.18	0.20	0.02
NPC - 1	0.10	0.17	0.07
	0.09	0.14	0.05
NPC - 2	0.09	0.10	0.01
	0.15	0.18	0.03
NPP - 1	0.20	0.28	0.08
	0.21	0.26	0.05
NPP - 2	0.09	0.10	0.01
	0.23	0.25	0.02
NOS - 1	0.30	0.50	0.20
	0.30	0.48	0.18
NOS - 2	0.19	0.30	0.11
	0.19	0.32	0.13
NOC - 1	0.12	0.27	0.15
	0.20	0.30	0.10
NOC - 2	0.18	0.24	0.06
	0.21	0.32	0.11
NOP - 1	0.32	0.42	0.10
	0.31	0.50	0.19
NOP - 2	0.29	0.50	0.21
	0.30	0.48	0.18
NES - 1	0.22	0.30	0.08
	0.20	0.30	0.10
NES - 2	0.38	0.64	0.26
	0.33	0.51	0.18
NEC - 1	0.34	0.43	0.09
	0.29	0.38	0.09
NEC - 2	0.30	0.50	0.20
	0.34	0.60	0.26
NEP - 1	0.15	0.23	0.08
	0.16	0.21	0.05
NEP - 2	0.21	0.30	0.09
	0.14	0.20	0.06
NRS - 1	0.23	0.41	0.18
	0.20	0.38	0.18
NRS - 2	0.22	0.39	0.17
	0.30	0.48	0.18
NRC - 1	0.33	0.55	0.22
	0.50	0.71	0.21
NRC - 2	0.18	0.30	0.12
	0.17	0.30	0.13
NRP - 1	0.21	0.30	0.09
	0.20	0.30	0.10
NRP - 2	0.23	0.43	0.20
	0.22	0.40	0.18

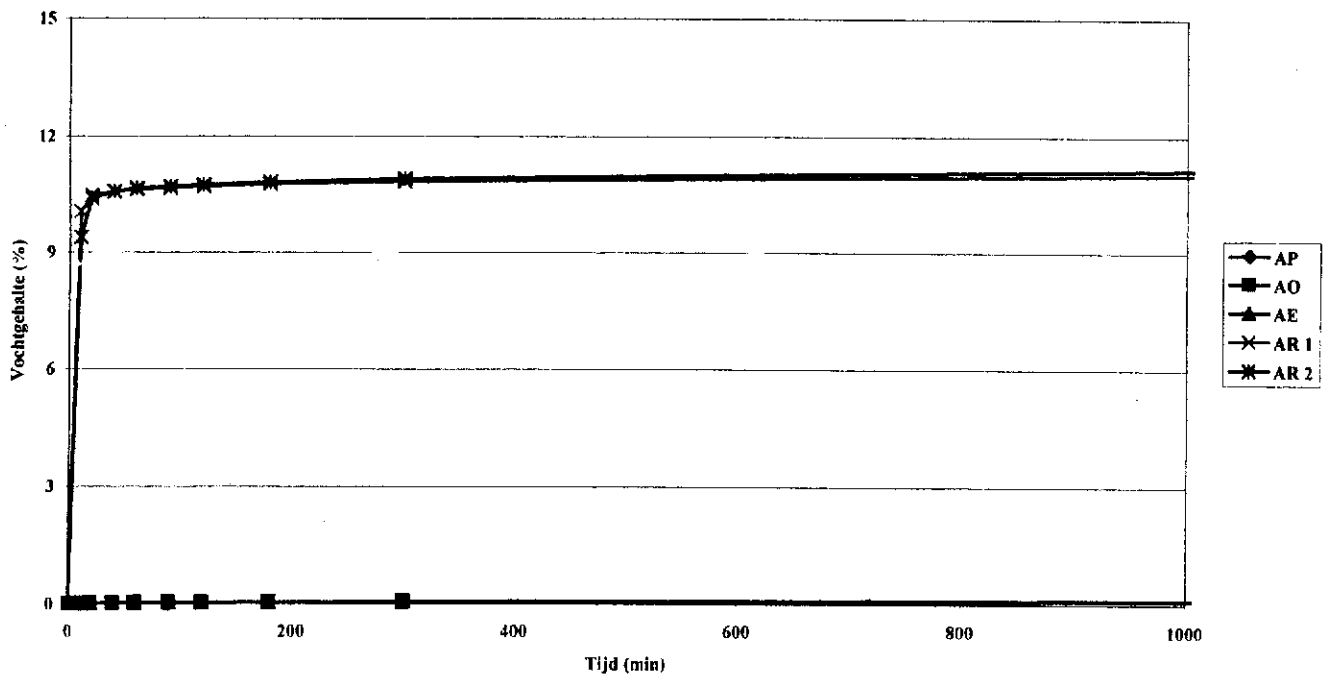
4.3.2.4.

SSTC 1998 - Waterabsorptie
BAKSTEEN GHLIN



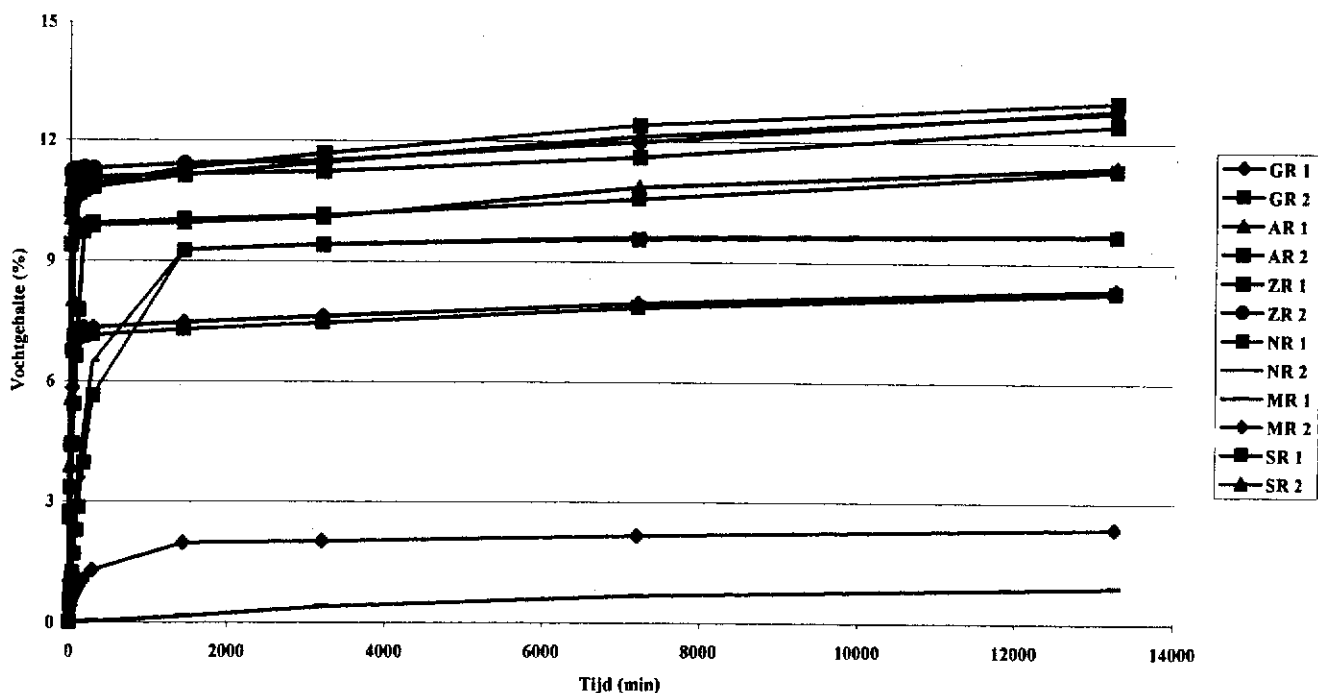
4.3.2.5

SSTC 1998 - Waterabsorptie
RUWE BAKSTEEN



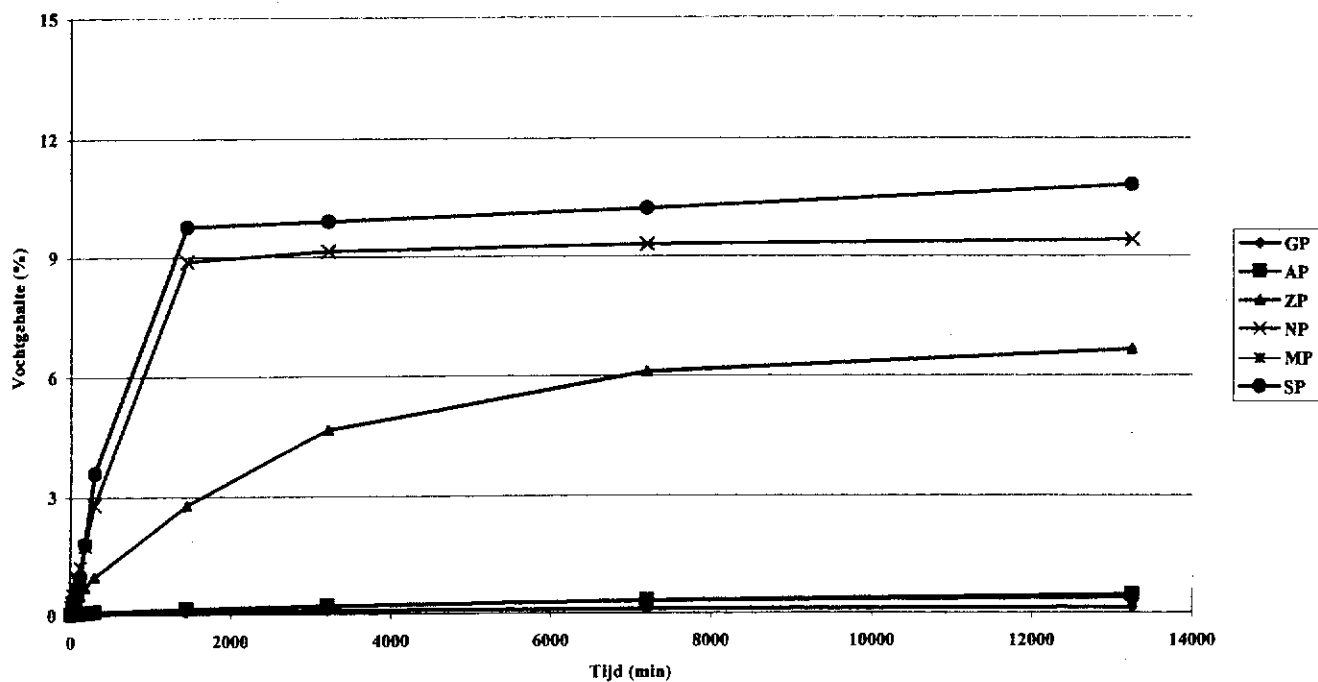
4.3.2.8

SSTC 1998 - Waterabsorptie
Produkttype: GEEN BEHANDELING



4.3.2.9

SSTC 1998 - Waterabsorptie
Produkttype: POLYMEER



4.4. Influence des traitements sur l'aspect des matériaux

4.4.1. Mesure de la brillance

La mesure de la brillance est réalisée à l'aide d'un appareil de type 'Gloss-meter' avec un angle de 60°.

Les résultats sont repris aux tableaux 4.4.1.1 à 4.4.1.6 ci-après.

Remarques :

Pour les 3 produits testés, les écarts mesurés sont dans tous les cas négligeables et correspondent à des différences de brillance totalement invisibles.

Ceci même dans le cas du mortier pour lequel on note des différences plus sensibles, mais qui sont intégralement liées à l'hétérogénéité de brillance initiale des surfaces.

Tableau 4.4.1.1. et 4.4.1.2.- Mesures de la brillance avant et après traitements hydrofuges des pierres naturelles

Massangis: (M)	Glansmeting:		Verschil: (-)
	voor:	na:	
MPS - 1	1.4	1.4	0.0
MPS - 2	1.4	1.4	0.0
MPC - 1	1.4	1.3	0.1
MPC - 2	1.5	1.4	0.1
MPP - 1	1.4	1.3	0.1
MPP - 2	1.5	1.5	0.0
MOS - 1	1.4	1.4	0.0
MOS - 2	1.5	1.4	0.1
MOC - 1	1.4	1.4	0.0
MOC - 2	1.3	1.3	0.0
MOP - 1	1.6	1.6	0.0
MOP - 2	1.5	1.4	0.1
MES - 1	1.4	1.4	0.0
MES - 2	1.4	1.3	0.1
MEC - 1	1.6	1.5	0.1
MEC - 2	1.4	1.3	0.1
MEP - 1	1.4	1.3	0.1
MEP - 2	1.5	1.4	0.1
MRS - 1	1.3	1.3	0.0
MRS - 2	1.4	1.4	0.0
MRC - 1	1.4	1.4	0.0
MRC - 2	1.5	1.3	0.2
MRP - 1	1.5	1.4	0.1
MRP - 2	1.4	1.4	0.0

Gemiddelde:	0.1
Standaardafwijking:	0.1

Savonnières: (S)	Glansmeting:		Verschil: (-)
	voor:	na:	
SPS - 1	1.5	1.5	0.0
SPS - 2	1.4	1.2	0.2
SPC - 1	1.3	1.2	0.1
SPC - 2	1.4	1.3	0.1
SPP - 1	1.5	1.4	0.1
SPP - 2	1.5	1.4	0.1
SOS - 1	1.4	1.4	0.0
SOS - 2	1.4	1.3	0.1
SOC - 1	1.4	1.4	0.0
SOC - 2	1.4	1.3	0.1
SOP - 1	1.4	1.5	0.1
SOP - 2	1.5	1.4	0.1
SES - 1	1.4	1.4	0.0
SES - 2	1.4	1.4	0.0
SEC - 1	1.3	1.3	0.0
SEC - 2	1.3	1.3	0.0
SEP - 1	1.4	1.5	0.1
SEP - 2	1.4	1.3	0.1
SRS - 1	1.5	1.5	0.0
SRS - 2	1.4	1.5	0.1
SRC - 1	1.5	1.5	0.0
SRC - 2	1.4	1.4	0.0
SRP - 1	1.2	1.4	0.2
SRP - 2	1.4	1.5	0.1

Gemiddelde:	0.1
Standaardafwijking:	0.1

4.4.2. Mesure de la couleur

Les mesure de couleur ont été menées en parallèle aux mesures de brillance reprises au point précédent.

L'appareillage de mesure est du type 'colorimètre MINOLTA CR 310'.

Les valeurs obtenues, avant et après traitements, sont reprises aux tableaux 4.4.2.1. à 4.4.2.6 aux pages suivantes.

Remarques

Pour les 3 produits retenus, l'examen préalable visuel des surfaces avant et après traitements ne permet pas de déceler de différence sensible de couleur, excepté peut-être pour la brique rugueuse traitée au produit polymère.

Les mesures au colorimètre confirment ces constatations dans le sens que les écarts obtenus avant et après traitements sont en général inférieurs à la dispersion liée à l'hétérogénéité des surfaces (voir les mesures 'avant et après application' pour les éprouvettes non traitées).

Pour la brique rugueuse et dans une moindre mesure pour la pierre de Massangis, on peut observer des écarts légèrement plus importants en cas de traitements au produit polymère.

Tableaux 4.4.2.3. et 4.4.2.4. – Mesures de couleur avant et après traitement des briques de terre cuite

Baksteen Ghlin: (G)		Kleurenmeting		Verschil: (ΔE)
		voor:	na:	
GPS - 1	L*	43.37	41.82	
	a*	17.56	17.85	1.58
	b*	17.76	17.81	
GPS - 2	L*	45.98	42.86	
	a*	17.71	18.64	3.31
	b*	18.48	19.10	
GPC - 1	L*	44.17	41.86	
	a*	18.06	18.43	2.39
	b*	18.53	19.04	
GPC - 2	L*	44.20	42.15	
	a*	18.55	18.58	2.06
	b*	18.45	18.64	
GPP - 1	L*	43.88	41.08	
	a*	16.90	17.52	2.95
	b*	16.81	17.51	
GPP - 2	L*	45.57	42.03	
	a*	16.61	17.51	3.67
	b*	17.63	18.02	
GOS - 1	L*	42.99	41.87	
	a*	17.06	17.13	1.13
	b*	18.29	18.18	
GOS - 2	L*	44.47	42.96	
	a*	17.75	17.95	1.53
	b*	17.89	18.07	
GOC - 1	L*	44.54	41.91	
	a*	17.52	18.49	2.88
	b*	18.05	18.73	
GOC - 2	L*	44.02	42.60	
	a*	17.82	17.93	1.43
	b*	18.63	18.73	
GOP - 1	L*	43.55	41.59	
	a*	15.36	16.01	2.19
	b*	15.52	16.26	
GOP - 2	L*	45.54	43.58	
	a*	17.01	17.53	2.12
	b*	17.84	18.46	
GES - 1	L*	43.56	43.07	
	a*	17.82	17.84	0.49
	b*	18.60	18.62	
GES - 2	L*	41.79	41.56	
	a*	16.93	16.92	0.26
	b*	17.41	17.54	
GEC - 1	L*	44.98	43.30	
	a*	17.31	17.69	1.82
	b*	18.21	18.81	
GEC - 2	L*	44.96	43.31	
	a*	17.52	17.88	1.81
	b*	18.26	18.92	
GEP - 1	L*	43.7	42.06	
	a*	16.93	17.06	1.29
	b*	17.11	17.45	
GEP - 2	L*	44.59	43.61	
	a*	18.12	18.23	0.99
	b*	19.12	19.16	
GRS - 1	L*	44.30	45.42	
	a*	17.95	17.26	1.63
	b*	18.68	17.71	
GRS - 2	L*	42.46	42.59	
	a*	16.59	16.29	0.47
	b*	16.17	15.83	
GRC - 1	L*	44.54	44.46	
	a*	17.89	17.79	0.34
	b*	18.37	18.06	
GRC - 2	L*	43.93	43.30	
	a*	15.29	15.20	0.64
	b*	14.88	14.94	
GRP - 1	L*	45.35	45.26	
	a*	17.55	17.50	0.17
	b*	18.37	18.23	
GRP - 2	L*	44.11	44.19	
	a*	17.69	17.47	0.65
	b*	17.75	17.14	

Ruwe baksteen: (A)		Kleurenmeting		Verschil: (ΔE)
		voor:	na:	
APS - 1	L*	43.50	39.87	
	a*	5.56	5.59	3.63
	b*	10.15	10.07	
APS - 2	L*	42.95	38.84	
	a*	7.37	7.90	4.18
	b*	8.31	8.89	
APC - 1	L*	43.98	39.95	
	a*	4.90	5.04	4.03
	b*	9.56	9.53	
APC - 2	L*	40.15	36.14	
	a*	7.50	7.62	4.02
	b*	7.64	7.82	
APP - 1	L*	43.41	39.87	
	a*	5.29	5.15	3.55
	b*	9.92	9.76	
APP - 2	L*	42.35	38.35	
	a*	7.46	7.74	4.01
	b*	8.89	8.81	
AOS - 1	L*	43.61	41.10	
	a*	5.70	5.67	2.51
	b*	10.88	10.91	
AOS - 2	L*	43.83	40.58	
	a*	7.63	8.06	3.34
	b*	8.82	9.47	
AOC - 1	L*	43.41	41.02	
	a*	4.73	4.81	2.43
	b*	9.26	9.68	
AOC - 2	L*	42.47	39.60	
	a*	7.83	7.79	2.87
	b*	8.92	8.88	
AOP - 1	L*	43.82	41.46	
	a*	5.44	5.81	2.47
	b*	9.81	10.44	
AOP - 2	L*	43.76	41.45	
	a*	7.05	7.49	2.78
	b*	8.91	10.40	
AES - 1	L*	43.37	42.27	
	a*	5.47	5.58	1.14
	b*	10.51	10.77	
AES - 2	L*	41.41	39.41	
	a*	6.68	6.82	2.02
	b*	8.27	8.51	
AEC - 1	L*	43.04	42.08	
	a*	5.69	5.66	0.99
	b*	11.20	11.43	
AEC - 2	L*	42.63	40.79	
	a*	8.42	8.78	1.90
	b*	9.33	9.62	
AEP - 1	L*	44.46	43.43	
	a*	6.29	6.32	1.09
	b*	12.44	12.78	
AEP - 2	L*	42.10	40.97	
	a*	7.84	8.07	1.17
	b*	9.74	9.96	
ARS - 1	L*	44.45	44.48	
	a*	5.91	5.80	0.17
	b*	11.00	11.13	
ARS - 2	L*	40.13	40.18	
	a*	6.54	6.57	0.31
	b*	8.47	8.17	
ARC - 1	L*	44.26	44.25	
	a*	5.51	5.34	0.68
	b*	11.45	10.79	
ARC - 2	L*	42.28	42.16	
	a*	7.46	7.50	0.34
	b*	8.26	7.94	
ARP - 1	L*	44.59	44.39	
	a*	6.10	6.03	0.23
	b*	12.19	12.11	
ARP - 2	L*	43.87	43.97	
	a*	8.14	8.32	0.21
	b*	9.45	9.51	

4.5. Influence des traitements sur les propriétés hydriques des matériaux

4.5.1. Mesure de la diffusion de vapeur d'eau

Compte tenu de la nécessité de travailler sur des supports particulièrement homogènes et d'utiliser des éprouvettes de forme circulaire de dimension suffisante (\varnothing 80 mm) peu compatibles avec de nombreux matériaux courants, ce type d'essai est limité dans le cadre de cette approche à un support standardisé en terre cuite. Il s'agit d'un support type, utilisé depuis de très nombreuses années en nos laboratoires pour l'examen de l'influence des traitements de surface sur le facteur de diffusion de vapeur d'eau.

Les principaux paramètres d'essai sont :

- épaisseur de la plaquette : 10 mm
- diamètre de la plaquette : 80 mm
- température durant l'essai : 20°C
- humidité relative de l'ambiance d'essai : 55%
- épaisseur de la lame d'air de 1 cm

Les résultats des mesures réalisées sont repris au tableau 4.5.1.1. ci-après.

Tableau 4.5.1.1. Mesure de la diffusion de vapeur d'eau avant et après traitements

Eprouvette:		Première mesure (g)	Dernière mesure (g)	G kg/h	δm kg/(m.h(kg/m ²))	Wm (m ² .h(kg/m ²))/kg	μ (-)	Δ (%)
POLYMERE	Avant:	411.211	412.165	7.95E-06	1.30E-07	76683	51.39	-28
	Après:	402.068	402.819	6.23E-06	1.02E-07	98296	65.87	
OLIGOMERE	Avant:	417.190	418.214	8.53E-06	1.40E-07	71322	47.80	-28
	Après:	421.778	422.588	6.72E-06	1.10E-07	91010	60.99	
EMULSION	Avant:	424.065	425.039	8.12E-06	1.33E-07	75072	50.31	-24
	Après:	434.806	435.597	6.56E-06	1.07E-07	93238	62.48	

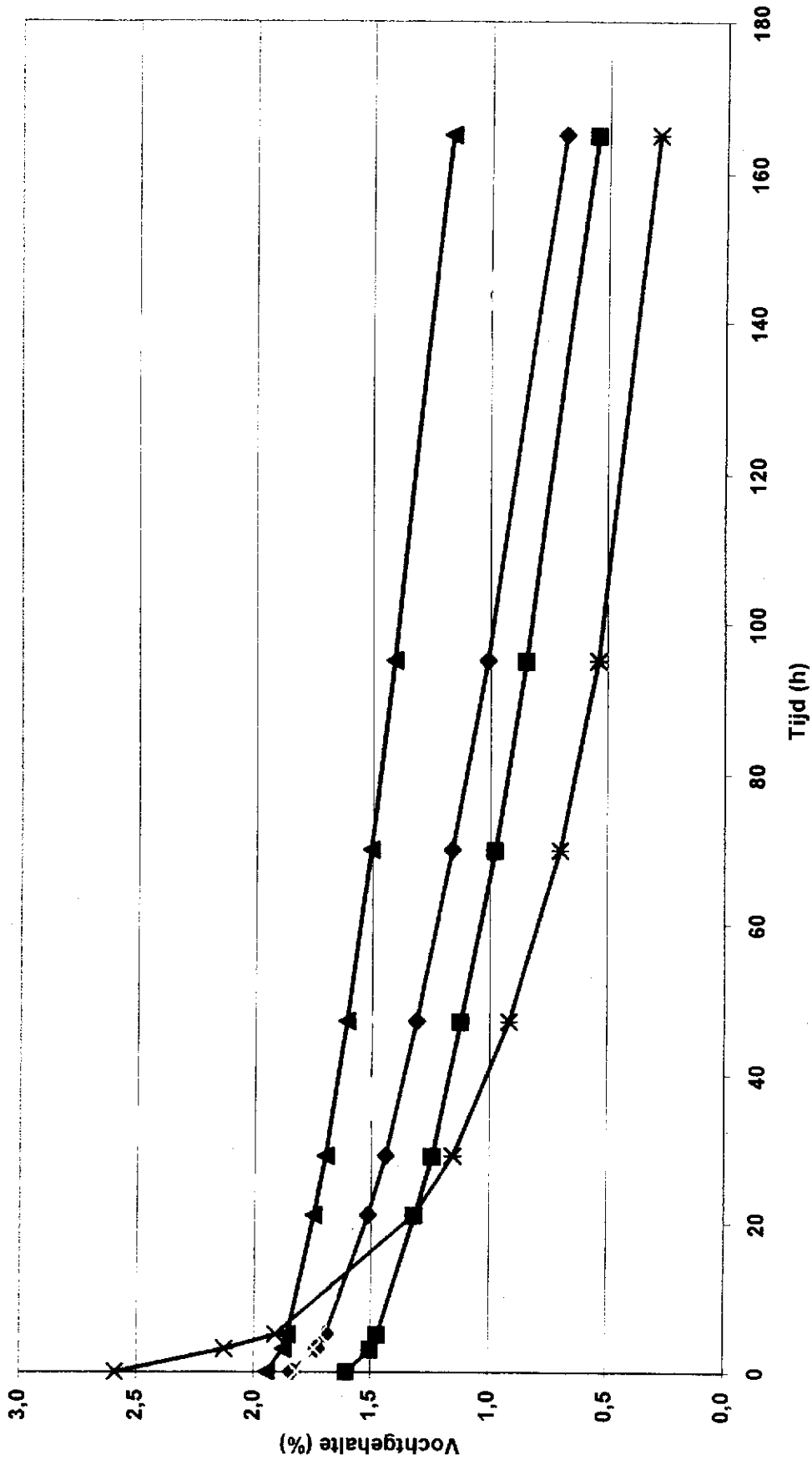
Remarques

Sur base de notre expérience, les réductions de diffusion de vapeur d'eau observées sont trop importantes pour les produits et les concentrations utilisées. On devrait en principe se situer pour ces solutions hydrophobes dans des fourchettes de réduction de diffusion de vapeur de l'ordre de 0 à 5 %.

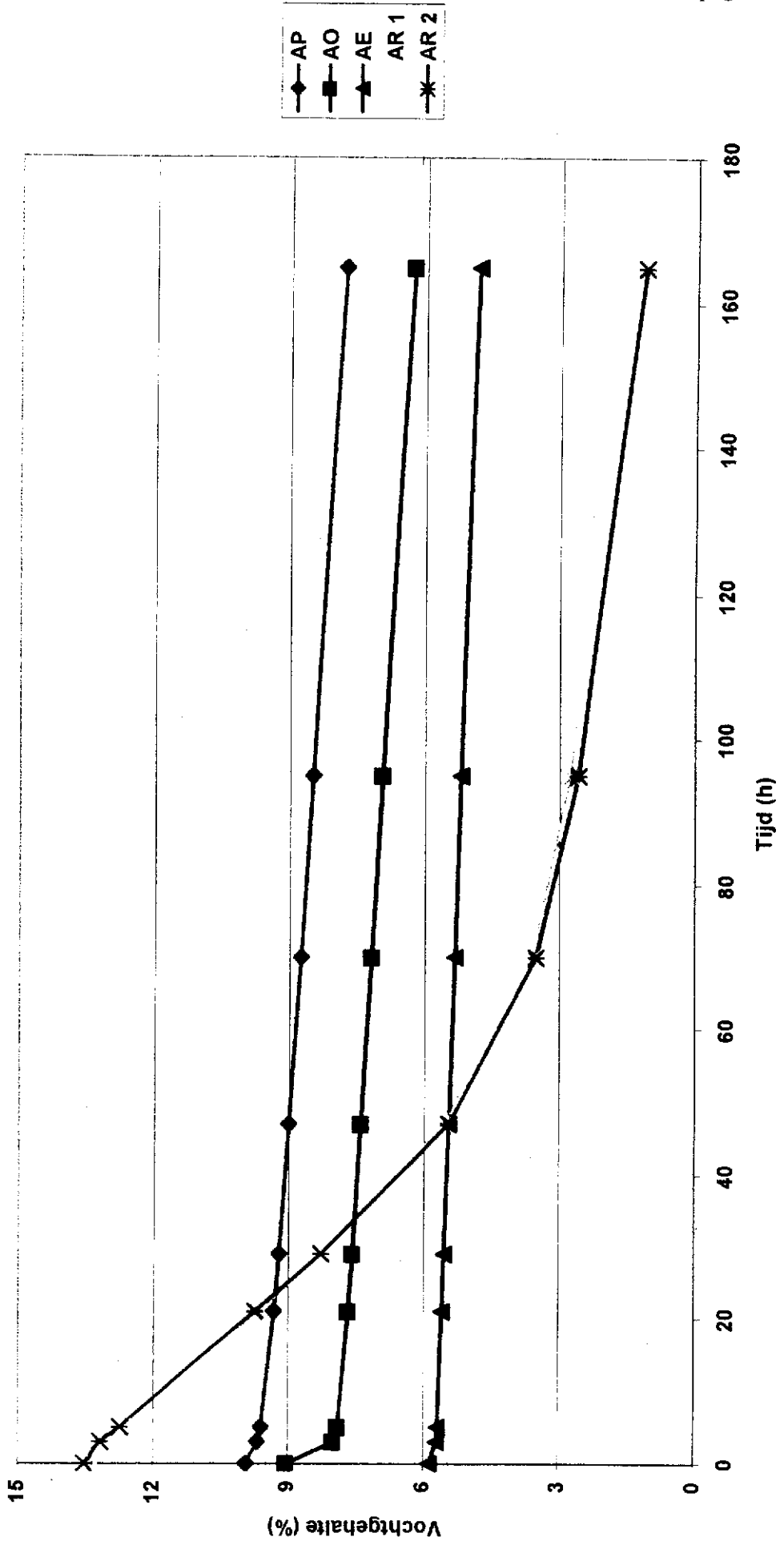
Ces résultats anormalement élevés confirment le caractère très délicat de cette mesure, où, malgré le fait que l'on mesure la perméabilité à la vapeur sur la même plaquette avant et après traitement, l'on ne domine pas l'entièreté des paramètres (notamment la pression atmosphérique) durant l'essai.

Afin de réduire l'impact des paramètres parasites, il serait souhaitable dans le futur de prévoir pour chaque campagne d'essais une ou deux plaquettes de matériaux de référence (toujours les mêmes et de diffusion bien définie), qui permettraient de chiffrer les écarts liés aux paramètres incontrôlables et de corriger en conséquence les valeurs des éprouvettes testées en même temps.

SSTC 1998 - Drogingscyclus
MASSANGIS



SSTC 1998 - Drogingscyclus
 RUWE BAKSTEEN



SSTC 1998 - Drogingscyclus
MORTEL

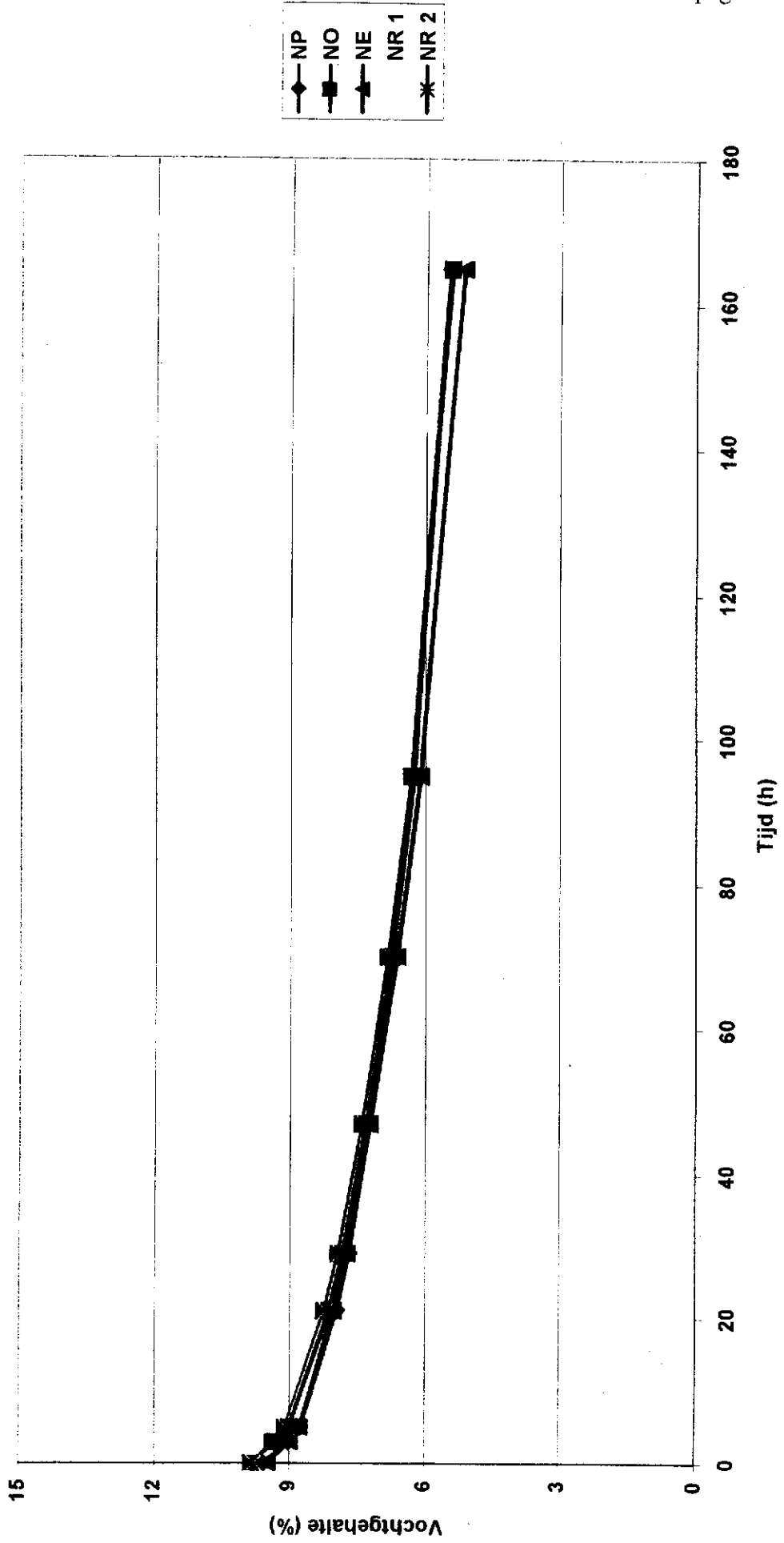


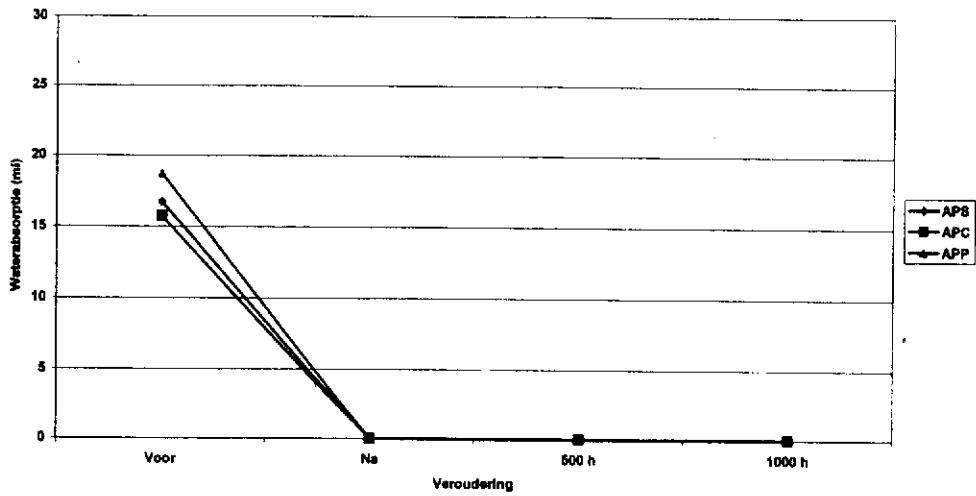
Tableau 4.6.1. Mesures d'absorption d'eau à la pipe en verre, avant et après traitements, ainsi qu'après les différents cycles de vieillissement artificiel.

GHJLIN:					RIJWE BAKSTEEN:					MASSANOOR:				
	Voor	Na	500 h	1000 h		Voor	Na	500 h	1000 h		Voor	Na	500 h	1000 h
GPS - 1	1.81	0.04			APS - 1	16	0.01			MPS - 1	0.19	0.01		0.03
	3	0				17	0.02				0.1	0.01		
GPS - 2	1.32	0.02			APS - 2	18	0.01		0.01	MPS - 2	0.11	0.02		0
	1.81	0.01				18	0.02				0.2	0.01		
GPS	1.855	0.0175			APS	16.75	0.016		0.006	MPS	0.15	0.0125		0.014
GPC - 1	3	0.02	0.02	0.07	APC - 1	12	0.09	0.02	0.01	MPC - 1	0.23	0.01	0.02	0.03
	3	0.03	0	0.03		12	0.06	0.04	0.01		0.29	0.04	0.05	0.03
GPC - 2	3	0.01	0	0.01	APC - 2	22	0.01	0.04	0.01	MPC - 2	0.15	0.06	0.03	0.01
	2.25	0.02	0	0.02		17	0.01	0.01	0.01		0.28	0	0.02	0.03
GPC	2.8125	0.02	0.005	0.0325	APC	16.75	0.0225	0.0275	0.01	MPC	0.2375	0.0375	0.03	0.036
GPP - 1	4	0.03	0	0.02	APP - 1	16	0.03	0	0.02	MPP - 1	0.16	0.02	0	0
	4	0.01	0	0.01		17	0.01	0	0.01		0.09	0.02	0.01	0.02
GPP - 2	4	0.03	0	0	APP - 2	20	0.03	0	0.04	MPP - 2	0.2	0.01	0.01	0
	3	0.01	0.02	0		22	0.04	0.02	0.01		0.05	0.04	0	0.01
GPP	3.75	0.02	0.0075	0.0075	APP	16.75	0.0275	0.006	0.02	MPP	0.12	0.0225	0.006	0.0075
GOS - 1	3	0			AOS - 1	19	0.05		0	MOS - 1	0.17	0.01		0.04
	1.35	0.01				18	0.04				0.08	0.05		
GOS - 2	3	0.02	0		AOS - 2	20	0.03			MOS - 2	0.17	0		0.04
	1.86	0.03				21	0.02				0.16	0.02		
OOB	2.3	0.016		0	AOS	16.75	0.035		0	MOS	0.145	0.02		0.046
OOC - 1	1.96	0.12	0	0.04	AOC - 1	17	0.01	0.05	0.02	MOC - 1	0.09	0.02	0.02	0.02
	1.84	0.07	0.01	0		16	0.02	0.03	0.02		0.18	0.02	0	0
OOC - 2	2.07	0.02	0	0	AOC - 2	18	0.01	0.02	0.03	MOC - 2	0.09	0.02	0.01	0.01
	2	0.05	0.02	0.02		22	0.04	0.03	0.02		0.1	0.03	0.01	0.01
OOC	1.9625	0.086	0.0075	0.016	AOC	18.25	0.02	0.0225	0.0225	MOC	0.1	0.0225	0.01	0.01
OOP - 1	3	0.01	0.03	0	AOP - 1	21	0.03	0.03	0.02	MOP - 1	0.07	0.04	0	0
	5	0.04	0.03	0.01		21	0.01	0.07	0.04		0.09	0.04	0.01	0.01
OOP - 2	5	0.04	0.02	0.01	AOP - 2	12	0.06	0	0	MOP - 2	0.11	0	0	0.01
	5	0.04	0.02	0.01		8	0	0.03	0.01		0.14	0.02	0.01	0
OOP	4.5	0.0325	0.025	0.0075	AOP	16.5	0.03	0.0325	0.0175	MOP	0.065	0.03	0.015	0.006
OES - 1	4	0.01	0		AES - 1	19	0.13		0	MES - 1	0.09	0.02		0.03
	5	0.04				22	0.04				0.19	0.04		
OES - 2	3	0.09			AES - 2	17	0.01		0	MES - 2	0.15	0.03		0.01
	1.8	0.05				20	0.01				0.06	0.09		
OES	3.45	0.045		0	AES	16.5	0.0475		0	MES	0.1225	0.045		0.02
OEC - 1	3	0.08	0	0.02	AEC - 1	18	0.02	0.01	0	MEC - 1	0.13	0.02	0.04	0.03
	5	0.02	0.01	0.01		17	0.04	0.02	0.01		0.25	0.03	0.09	0.03
OEC - 2	5	0	0.02	0	AEC - 2	18	0.03	0.02	0.02	MEC - 2	0.18	0.03	0.07	0.01
	5	0.05	0.01	0.02		18	0.03	0.03	0.01		0.14	0.03	0.1	0.03
OEC	4	0.03	0.01	0.0125	AEC	18.25	0.03	0.03	0.01	MEC	0.175	0.0275	0.0775	0.02
OEP - 1	4	0.05	0.01	0.01	AEP - 1	39	0.06	0.02	0.01	MEP - 1	0.19	0.02	0.02	0
	5	0.03	0.01	0		32	0.19	0	0.02		0.29	0.02	0.02	0.01
OEP - 2	5	0.06	0.03	0.02	AEP - 2	17	0.01	0.01	0.04	MEP - 2	0.12	0.01	0.05	0
	3	0.03	0.03	0		19	0.02	0.01	0.03		0.09	0.04	0.03	0.02
OEP	4.5	0.04	0.02	0.0075	AEP	26.5	0.06	0.004667	0.03	MEP	0.1825	0.0225	0.03	0.0075
OES - 1	4	2.15		2.88	ARS - 1	15	15		3.23	MRS - 1	0.11	0.1		0.03
	5	2.51				86	18				0.11	0.16		
OES - 2	1.83	1.51		0.21	ARS - 2	16	14		3.21	MRS - 2	0.07	0.13		0.04
	1.98	1.5				16	17				0.07	0.08		
OES	3.0775	1.8975		1.446	ARS	33.5	15.5		3.22	MRS	0.115	0.11		0.036
OEC - 1	3	2.49	2.25	2.47	ARC - 1	27	98	0.22	1.83	MRC - 1	0.06	0.1	0.08	0.02
	3	1.84	2.8	3		29	19	0.03	0.02		0.1	0.09	0.11	0.03
OEC - 2	4	1.72	3.9	2.35	ARC - 2	19	17		2.9	MRC - 2	0.11	0.1	0.13	0.03
	1.86	2.06	2.17	2.82		18	17	0.02	0.03		0.16	0.12	0.11	0.03
OEC	2.75	2.0175	2.78	2.386	ARC	21	17	0.08	1.07	MRC	0.195	0.1925	0.1975	0.036
OEP - 1	3	2.91	0.17	0.81	ARP - 1	23	23	15	19	MRP - 1	0.17	0.12	0.03	0.01
	1.75	4.21	0	0		20	20	17	19		0.05	0.04	0.09	0.05
OEP - 2	1.86	3.24	0.01	0	ARP - 2	24	24	21	17	MRP - 2	0.11	0.09	0.07	0.02
	3	2.15	0.4	0.3		19	19	17	18		0.19	0.2	0.07	0.07
OEP	2.4025	2.8925	0.145	0.0775	ARP	21.5	21.5	17.5	19	MRP	0.12	0.1125	0.068	0.0675

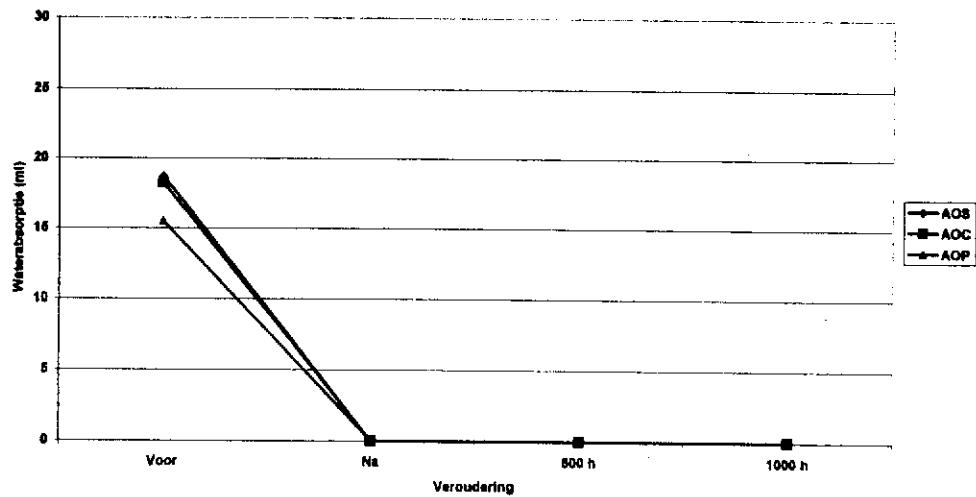
SALOMBERER:					SILKAATSTEEN:					MONTTEL:				
	Voor	Na	500 h	1000 h		Voor	Na	500 h	1000 h		Voor	Na	500 h	1000 h
NPS - 1	1.43	0.83		1.17	ZPS - 1	120	0.05		0.13	MPS - 1	0.45	0.09		0.12
	1.7	0.83				89	0.03				0.5	0.01		
NPS - 2	8	0.21		1.01	ZPS - 2	180	0.02		0.13	MPS - 2	0.44	0.02		0.14
	1.46	0.2				133	0.03				0.64	0.02		
NPS	2.3675	0.8175		1.89	ZPS	118	0.0225		0.13	MPS	0.46	0.0225		0.13
NPC - 1	4	0.21	0.01	0	ZPC - 1	91	0.03	0.03	0.02	MPC - 1	0.33	0.07	0.07	0.07
	1.96	0.12	0.02	0		5	0.03	0.01	0.02		0.27	0.04	0.09	0.07
NPC - 2	3	0.22	0	0.02	ZPC - 2	41	0.02	0.03	0.06	MPC - 2	0.58	0.01	0	0.02
	1.87	0.18	0.02	0.01		114	0.02	0.02	0.06		0.67	0.03	0.01	0.02
NPC	2.5825	0.1775	0.0125	0.0075	ZPC	53	0.025	0.0225	0.04	MPC	0.4375	0.04	0.035	0.0475
NPP - 1	1.47	1.11	0.35	0.19	ZPP - 1	19	0.03	0.1	0.09	MPP - 1	0.61	0.08	0.09	0.02
	1.43	0.82	0.85	0.82		73	0.01	0.11	0.5		0.5	0.05	0.1	0.04
NPP - 2	1.33	1.18	1.01	0.96	ZPP - 2	44	0.07	0.2	0.23	MPP - 2	0.6	0.01	0.14	0.11
	1.55	1.07	1.16	1.08		7	0.08	0.08	0.41		0.49	0.02	0.12	0.1
NPP	1.405	1.04	0.9425	0.875	ZPP	38.75	0.0475	0.2475	0.3325	MPP	0.625	0.04	0.11	0.0675
NOS - 1	1.7	0.19		1.53	ZOS - 1	26	0.04		0.37	MOS - 1	0.67	0.2		0.13
	5	0.72				109	0.04				0.52	0.16		
NOS - 2	1.5	0.23		2.21	ZOS - 2	57	0.04		0.39	MOS - 2	0.46	0.11		0.16
	8	0.11				16	0.06				0.13			
NOS	4.3	0.3125		1.87	ZOS	81.75	0.046	0.04	0.38	MOS	0.6125	0.168		0.145
NOC - 1	4	0.88	0.06	0.82	ZOC - 1	3	0.09	0.04	0.09	MOC - 1	0.37	0.16	0.13	0.09
	1.46	0.23	0.05	0.04		7	0.05	0.08	0.06		0.37	0.1	0.1	0.13
NOC - 2	3	0.88	0.04	0.08	ZOC - 2	6	0.04	0.02	0.06	MOC - 2	0.41	0.06	0.1	0.1
	1	0.24	0.02	0.01		17	0.04	0.07	0.07		0.37	0.11	0.09	0.1
NOC	2.3625	0.4	0.04	0.0375	ZOC	3	0.0475	0.0625	0.0725	MOC	0.38	0.105	0.105	0.105
NOP - 1	1.46	1.01	0.21	0.98	ZOP - 1	86	0.08	0.22	0.09	NOP - 1	0.49	0.1	0.1	0.08
	1.45	0.85	0.83	0.87		12	0.09				0.37	0.19	0.09	0.08
NOP - 2	1.3	1.15	0.75	0.94	ZOP - 2	22	0.07	0.25	0.72	NOP - 2	0.88	0.21	0.11	0.11
	1.5	0.89	0.89	0.79		9	0.08	0.23	0.3		0.67	0.18	0.15	0.1
NOP	1.4275	1.025	0.8925	0.7125	ZOP	32.25	0.075	0.233333	0.37	NOP	0.495	0.17	0.1125	0.0825
NES - 1	1.9	1.2		0.93	ZES - 1	33	0.13		0.12	MES - 1	0.32	0.06		0.07
	1.7	1.31				38	0.2				0.32	0.1		
NES - 2	1.89	1.02		0.97	ZES - 2	15	0.04		0.11	MES - 2	0.69	0.28		0.09
	1.59	1.09				4	0.07				0.61	0.19		
NES	1.6825	1.1475		0.95	ZES	21.75	0.11		0.115	MES	0.46	0.166		0.06
NEC - 1	1.88	1.63	1.31	0.19	ZEC - 1	19	0.07	0.09	0.06	NEC - 1	0.43	0.09	0.07	0.09
	6	1.9	1.31	0.34		41	0.07	0.83	0.8		0.41	0.09	0.1	0.09
NEC - 2	1.81	2.7	0.75	0.54	ZEC - 2	29	0.06	1.38	0.66	NEC - 2	0.64	0.2	0.22	0.17
	4	1.9												

Evolution des absorptions d'eau sur la brique rugueuse

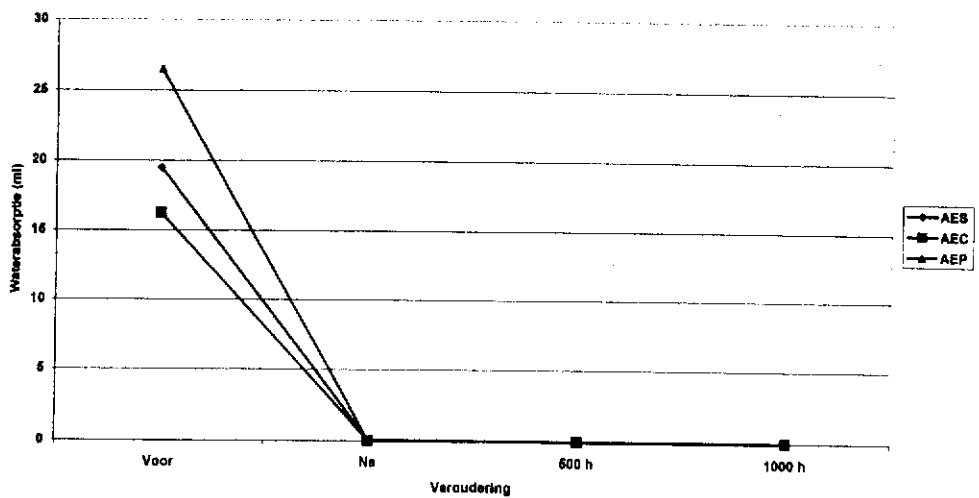
SSTC 1998 - EVOLUTIE WATERABSORPTIE
Ruwe baksteen
 Produkttype: POLYMEER



SSTC 1998 - EVOLUTIE WATERABSORPTIE
Ruwe baksteen
 Produkttype: OLIGOMEER

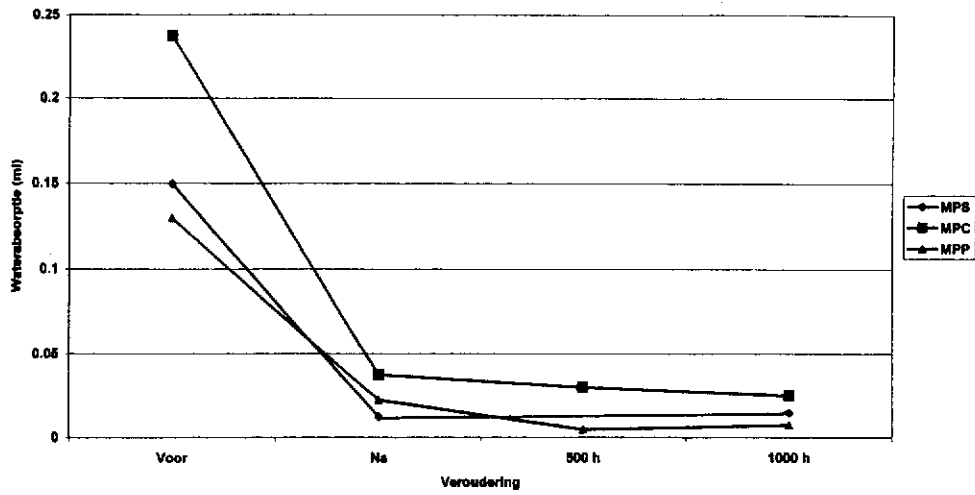


SSTC 1998 - EVOLUTIE WATERABSORPTIE
Ruwe baksteen
 Produkttype: EMULSIE

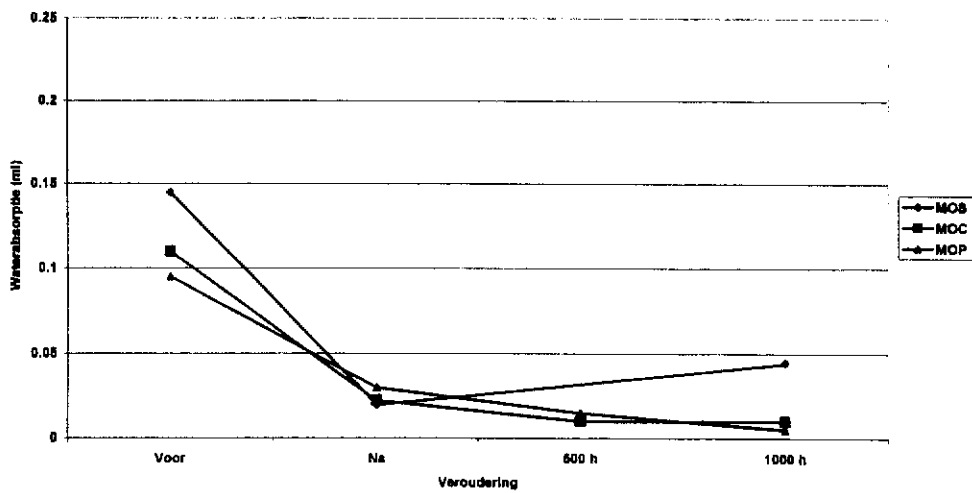


Evolution des absorptions d'eau sur la pierre de Massangis

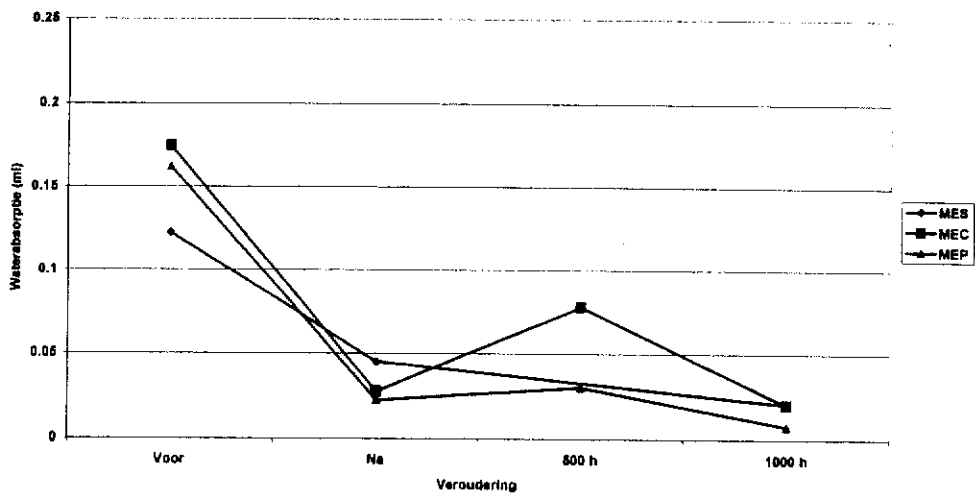
SSTC 1998 - EVOLUTIE WATERABSORPTIE
 Massangis
 Produkttype: POLYMEER



SSTC 1998 - EVOLUTIE WATERABSORPTIE
 Massangis
 Produkttype: OLIGOMEER

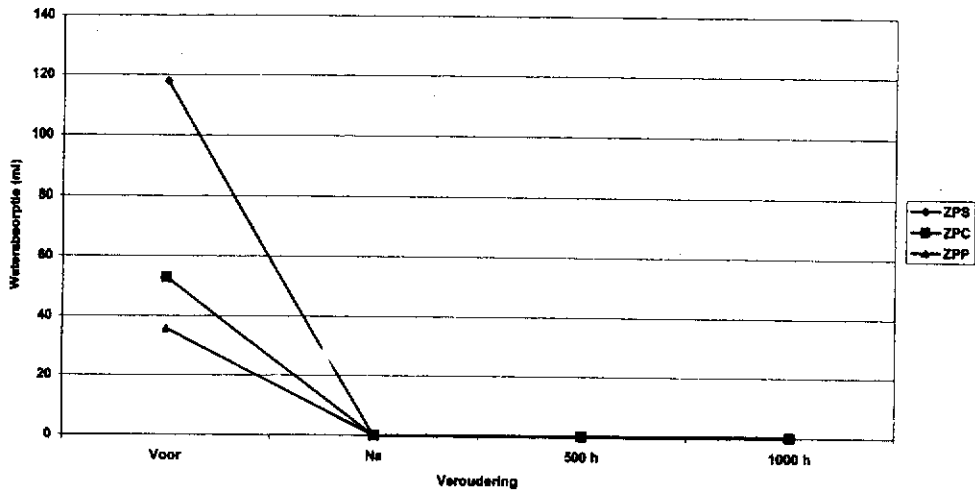


SSTC 1998 - EVOLUTIE WATERABSORPTIE
 Massangis
 Produkttype: EMULSIE

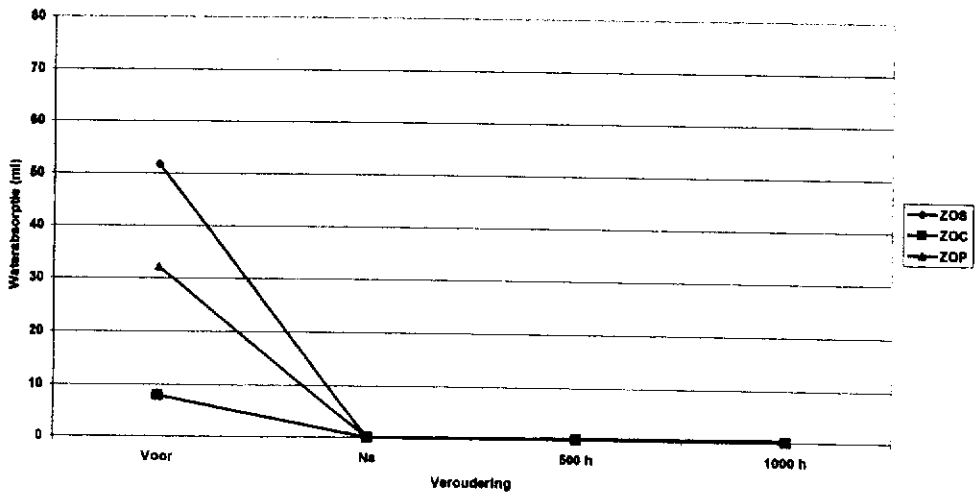


Evolution des absorptions d'eau sur le matériau silico-calcaire

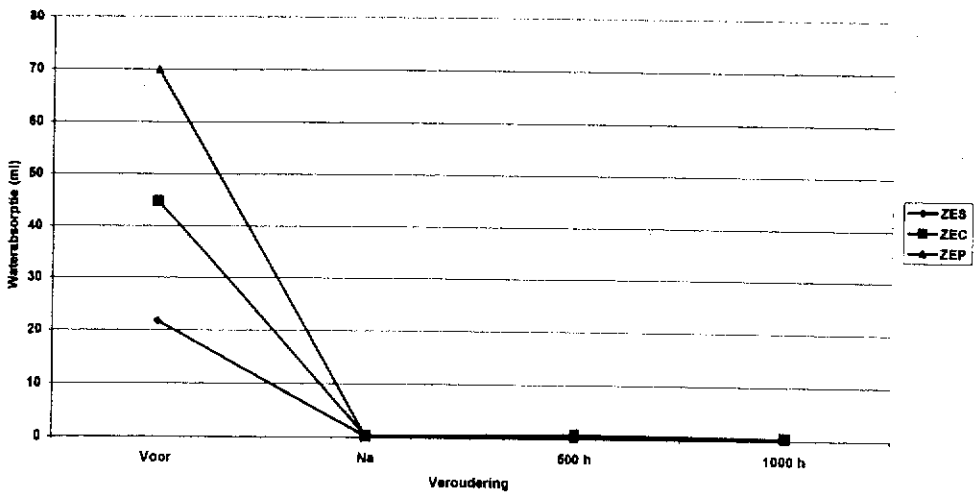
SSTC 1998 - EVOLUTIE WATERABSORPTIE
Silikaatsteent
 Produkttype: POLYMEER



SSTC 1998 - EVOLUTIE WATERABSORPTIE
Silikaatsteent
 Produkttype: OLIGOMEER



SSTC 1998 - EVOLUTIE WATERABSORPTIE
Silikaatsteent
 Produkttype: EMULSIE



gebruik gemaakt van 2 commerciële hydrofobeermengsels geselecteerd op basis van hun veelzijdig gebruik in de restauratie enerzijds en de onderzoekservaring in het laboratorium anderzijds.

Met de bedoeling verouderingsverschijnselen sneller te kunnen observeren, worden daarnaast behandelingen uitgevoerd met mengsels op basis van diezelfde hydrofobeerproducten, maar waarvan het gehalte aan actieve stof 70 % lager is, op een kalksteen waarvan de ervaring heeft uitgewezen dat ten gevolge van verouderingsprocessen de behandeling zijn efficiëntie deels verliest. Deze onoordeelkundige behandeling maakt het mogelijk de verschillende verouderingstechnieken onderling te evalueren.

Bovendien heeft dit onderzoek tot doel na te gaan in hoeverre de wijze waarop de monsters worden blootgesteld aan kunstmatige veroudering (afmeting van het monster, afscherming van niet behandelde zijden, aanwezigheid van zouten in het materiaal, aanwezigheid van een gat, ...) de efficiëntie beïnvloeden.

2 Experimenteel gedeelte

2.1 Ondergronden

2.1.1 Identificatie van de dragermaterialen

De baksteen Vandersanden is van Belgische makelij en wordt gekenmerkt door een homogene rode kleur. De dagkant van deze steen is niet homogeen qua textuur. Alle zijden zijn zanderig. Het onderzoek werd uitgevoerd op verzaagde vlakken. Betreffende de beschrijving van de fysische eigenschappen wordt verwezen naar bijlage 4 van het eerste jaarverslag (september 1997).

De Euville steen is een crinoïden kalksteen met glinsterende korrels en afkomstig van Frankrijk, 3 km ten ZO van Commercy. De fysische kenmerken zijn weergegeven in tabel 1 :

Tabel 1 : Schijnbare volumieke massa en porositeit van Euville

Volumieke massa (kg.m ⁻³)	Hg-porositeit (vol %)
2250	10

2.1.2 Bereiding van de monsters

De baksteen en Euville steen werden verzaagd tot monsters van enerzijds 15 x 5 x 2 cm³ en anderzijds 15 x 5 x 5 cm³. Na drogen bij 60 °C tot constant gewicht worden ze geconditioneerd bij 20 °C en 50 % relatieve vochtigheid (RV) alvorens de behandeling uit te voeren.

Tabel 3: Zoutdosering van de baksteen resp. voor en na extractie met water (gew %).

	Gehalte (gew %)	
	Voor extractie met water	Na extractie met water
Cl ⁻	0.02	0.02
NO ₃ ⁻	0.01	0.01
SO ₄ ²⁻	0.55	0.33
Na ⁻	0.02	0.02
K ⁻	0.01	0.01
Totaal	0.61	0.39

Deze resultaten tonen aan dat de baksteen vooral gecontamineerd is door sulfaten die algemeen weinig gebonden zijn aan natrium (Na) en kalium (K). Gezien de ervaring met zoutdosering op baksteen, wordt vermoed dat de sulfaten hoofdzakelijk calcium (Ca) als tegenion hebben. Het gehalte aan cloriden en nitraten mag als verwaarloosbaar beschouwd worden.

Door het onderdompelen in water van de proefstukjes, wordt een daling van het sulfaatgehalte bekomen tot 0.33 gew %.

2.2 Oppervlaktebehandelingsproducten

2.2.1 Identificatie

Goldschmidt Tegosivin HL100 bestaat voor 100% uit mono-, di- en triethoxy gefunctionaliseerde siloxane verbindingen met methyl als hydrofobe groep. Voor behandeling wordt een door dezelfde firma geleverde katalysator aan toegevoegd. Het geheel wordt verdund met white spirit tot een oplossing wordt bekomen van 3 en 10 g%.

Wacker 280 bevat naast ethylsilicaat trialkoxygefunctionaliseerde silanen en condensatieproducten ervan. Als reactieve groepen werden methoxy en ethoxy gedetecteerd ; als hydrofobe groepen methyl en octyl. De moederoplossing wordt aangelengd met white spirit tot een oplossing wordt bekomen van 3 en 10 g%.

2.2.2 Percentage droge stof

Voor de bepaling van het percentage droge stof wordt 0.5 gram van de oplossing afgewogen in een aluminium schuitje. De oplossingen worden geconditioneerd bij 20°C en 50 % RV gedurende 1 week. Het percentage droge stof wordt berekend uit het gewichtsverschil (tabel 4).

- segment 4 : 60 min
temperatuur : 38 °C (testkamer-temperatuur)
waterbesproeiing op de behandelde zijde

De veroudering veroorzaakt door zonlicht wordt gesimuleerd door middel van een Xenon lamp (6500 Watt ; 0.55 Watt.m⁻² bij 340 nm). De totale veroudering zoals uitgevoerd in het kader van dit onderzoek bedraagt 448 cycli. Waterabsorptiemetingen werden uitgevoerd telkens na 56 cycli (1 week).

2.4.2 Kesternich test

De Kesternich test beoogt het simuleren van de veroudering ten gevolge van de inwerking van SO₂. De test wordt uitgevoerd in een KS-300 apparaat van de firma Braive. In een testkamer van 300 dm³ worden de proefstukjes met de behandelde zijde vertikaal geplaatst. In de testruimte wordt 2 liter gedemineraliseerd water gevoegd en 2 liter SO₂ gas. De kamer wordt opgewarmd tot 40 °C gedurende 8 uur. Vervolgens wordt de testruimte geopend en de monsters blijven onder atmosferische druk gedurende 16 uur. Het geheel, 24 uur, vormt één cyclus. Deze wordt 5 maal uitgevoerd. Na droging van de proefstukjes tot constant gewicht (60 °C), worden waterabsorptiemetingen uitgevoerd. De totale veroudering bedraagt 16 x 5 cycli.

2.4.3 Zure mist test

De zure mist test beoogt het simuleren van de veroudering ten gevolge van de inwerking van zure regen. De test wordt uitgevoerd in een apparaat voor zoute mist, nr 1120, van de firma Braive. Hiervoor wordt water, dat met H₂SO₄ op pH 3 werd gebracht, in de testkamer verneveld. De proefstukjes bevinden zich in de testkamer met de behandelde zijde vertikaal. De totale tijdsduur van de veroudering bedraagt 16 weken. Wekelijks worden de monsters uit de testkamer gehaald, gedroogd bij 60 °C tot constant gewicht en onderworpen aan waterabsorptiemetingen.

2.5. Monstervoorbereiding

De monstervoorbereiding en de te onderzoeken parameter zijn voor de verschillende verouderingstesten weergegeven in tabellen 5 tot en met 10.

Elke behandeling wordt tweevoudig uitgevoerd. Voor de Kesternich en de zure mist test, wordt het ene monster gebruikt om waterabsorptiemetingen uit te voeren, terwijl het andere dient ter bepaling van de gewichtsverandering.

Tabel 6: Beschrijving van de voorbereiding van de behandelde Euville monster en te onderzoeken parameter voor de veroudering volgens de SAEJ 1960 cyclus

Monstervoorbereiding	Te onderzoeken parameter
Monsters van $15 \times 5 \times 2 \text{ cm}^3$, onbehandelde vlakken niet afgeschermd	-
Monsters van $15 \times 5 \times 2 \text{ cm}^3$, onbehandelde vlakken afgeschermd	wateropname tijdens regencycli
Monsters van $15 \times 5 \times 5 \text{ cm}^3$, onbehandelde vlakken afgeschermd, gat achter bovenaan doorheen de waterdichte rubberlaag	invloed waterpenetratie op efficiëntie behandeling
idem, gat voor bovenaan doorheen de hydrofobe laag.	idem
Monsters van $15 \times 5 \times 2 \text{ cm}^3$, onbehandelde vlakken afgeschermd, na elke veroudering van 1 week worden ze behandeld met zwavelzuur	invloed inwerking zwavelzuur op efficiëntie behandeling

3 Resultaten en bespreking

3.1 Verbruik

De verbruiken voor HL100 en W 280 op baksteen en Euville zijn weergegeven in tabel 11.

Tabel 11 : Gemiddeld verbruik en standaarddeviatie van de behandeling met HL100 en W 280 op baksteen en Euville.

	Baksteen ^(a)		Euville ^(b)	
	HL100	W 280	HL100	W 280
Gemiddeld verbruik (g.m ⁻²)	891	848	460	450
Standaarddeviatie (g.m ⁻²)	184	267	106	98

(a) : behandeling met een 10 % oplossing in white spirit

(b) : behandeling met een 3 % oplossing in white spirit

Voor beide producten is het verbruik voor de baksteen hoger dan voor de Euville. Rekening houdende met de hogere concentratie aan actief bestanddeel van het hydrofobeermengsel voor de baksteen, zal de hoeveelheid uitgehard product voor de baksteen hoger zijn dan voor de Euville.

Voor beide ondergronden is het verbruik van de HL100 iets hoger dan dit van W 280.

Deze resultaten tonen aan dat behandelingskarakteristieken van een bepaald product op een specifiek substraat niet noodzakelijk mogen gebruikt worden voor een ander substraat, noch voor een ander product.

De grote spreiding op de verbruiken laat vermoeden dat verdere metingen eveneens grote spreiding zullen vertonen.

3.2 Initiële efficiëntie

3.2.1 Waterabsorptiemetingen

De initiële efficiëntie van de behandelingen werd bepaald door waterabsorptiemetingen. De resultaten zijn weergegeven in tabel 12 voor baksteen en Euville na behandeling met HL100 of W 280. Deze werden uitgedrukt als WA-K in ml.

4 Kunstmatige veroudering

De resultaten van analyses met Scanning Electronen Microscoop (SEM) zijn gevoegd in de bijlage 14.

4.1 Vervoudering volgens de SAEJ 1960 cyclus

4.1.1 Wateropname tijdens de veroudering

De hoeveelheid water dat wordt geabsorbeerd tijdens regensegmenten van de verouderingscyclus werd bepaald door weging van de proefstukjes telkens na 1 week veroudering en vergelijking met het gewicht voor plaatsing in het verouderingstoestel. De resultaten in functie van de veroudering zijn weergegeven in tabel 14.

De meetfout veroorzaakt door het afdoppen van alle vlakken met een zeemvel bedraagt maximaal 1 g. Gezien de resultaten worden uitgedrukt als wateropname per eenheid van behandelde oppervlak, komt dit overeen met 140 g.m^{-2} . Meetresultaten beneden de 140 g.m^{-2} impliceren dat het monster nauwelijks water opneemt tijdens regencycli.

Uit de resultaten van tabel 14 kan worden besloten dat voor de baksteen :

Het kunstmatig aanbrengen van een gat aan de achterzijde doorheen de rubberlaag veroorzaakt een verhoging van de wateropname tijdens veroudering. Tijdens de droogprocedure kiest het water de gemakkelijkste weg die vermoedelijk de achterzijde is. Vermoed wordt dat tijdens dit proces waterwerende bestanddelen mede worden getransporteerd naar de achterzijde toe waardoor de efficiëntie van de behandelde zijde daalt, en dit vooral ter hoogte van het aangebrachte gat. Beide soorten behandelingen vertonen na 1 week een vergelijkbare hoeveelheid wateropname. Na de volledige veroudering wordt door de proefstukjes behandeld met HL100 meer water opgenomen.

Het kunstmatig aanbrengen van een gat doorheen de waterwerende laag resulteert in hogere wateropname dan indien het gat achteraan werd aangebracht. Dit wordt veroorzaakt doordat de besproeiing wordt uitgevoerd op de behandelde zijde van het monster. De resultaten vertonen een vergelijkbare trend als deze bekomen voor de proefstukjes waar voor de behandeling een natuurlijke barst aanwezig was aan de voorzijde. Het boorgat veroorzaakt een vrij hoge wateropname tijdens de blootstelling aan regen gedurende de eerste verouderingsweek, die eerst daalt naarmate de veroudering vordert en ten slotte stijgt tot waarden die hoger zijn dan deze na 1 week. De monsters met een natuurlijke barst en behandeld met HL100 vertonen een vergelijkbare trend, terwijl voor deze behandeld met W 280 een verlaagde wateropname pas optreedt na een verder gevorderde veroudering. Deze resultaten tonen vooreerst aan dat een waterwerend middel geen scheuroverbruggende eigenschappen heeft. Daarnaast kan uit deze metingen worden vermoed dat het water dat doorheen het gat of de barst het monster binnendringt tijdens het droogproces terug migreert naar het gat en dat hierdoor waterwerend middel mee getransporteerd wordt tot het gat of de barst. De oorzaak van de verdere daling van de efficiëntie zou kunnen verklaard worden door een verhoogde wateropname via de waterwerende zone.

Tabel 14 : Hoeveelheid water geabsorbeerd tijdens 1 week veroudering in functie van het aantal weken veroudering

Baksteen (cont./lit)	Behandlungsproduct		Onbehandelde zijden afgeschermd	Gat	Besproeiing met H ₂ SO ₄	Hoeveelheid water opgenomen tijdens veroudering (g/m ²)			
	HF 100	W 280				1 week	2 weken	3 weken	8 weken
Baksteen	X					50	111	187	219
		X				56	25	56	74
	X		X			47	35	74	59
		X	X			51	59	85	31
	X		X	achteraan		265	287	778	1298
		X	X	achteraan		254	278	365	872
	X		X	vooraan		1703	1467	1830	3480
		X	X	vooraan		1094	668	2487	3986
	X		X	natuurlijke barst		990	58	60	568
		X	X	natuurlijke barst		929	920	989	103
	X		X		X	275	77	86	31
		X	X		X	202	98	89	58
Euyville						1776	1862	2246	2240
	X					1590	1922	2166	2193
		X	X			1291	1413	1636	1919
		X	X			1215	1171	1232	1810
	X		X	achteraan		3800	3889	4132	4901
		X	X	achteraan		4899	4419	4400	5050
	X		X	vooraan		5196	4660	4640	4800
		X	X	vooraan		4711	4660	4599	4692
	X		X		X	1290	1160	1488	2038
		X	X		X	1259	1296	1508	1899

20 % voor W280. De Euville absorbeert 89 % van de totale hoeveelheid na onderdompeling. Gezien die monsters waarvan de onbehandelde zijde werden voorzien van een rubberen coating meer dan 95 % water opnemen, indiceert dit resultaat dat ook hier de absorptie verlopen is via de behandelde zijde.

Voor de monsters $15 \times 5 \times 5 \text{ cm}^3$ worden vergelijkbare resultaten bekomen als deze weergegeven in tabel 14.

4.1.2 Waterabsorptiemetingen

De resultaten van waterabsorptiemetingen met de Karsten pijp zijn weergegeven in tabel 16.

Voor de proefstukjes waar vooraan of achteraan een gat werd aangebracht, werden de waterabsorptiemetingen met de Karsten pijp uitgevoerd aan het andere uiteinde van het monster.

Met uitzondering van de het proefstukje ($15 \times 5 \times 5 \text{ cm}^3$) behandeld met HL100 en vooraan voorzien van een gat, is de waterwerende efficiëntie van de baksteen nog steeds uitstekend na kunstmatige veroudering.

Het aangewende zoutgehalte en / of de gebruikte verouderingstechniek laat niet toe verouderingsprocedures veroorzaakt door zoutcontaminatie te evalueren.

De resultaten voor de Euville tonen aan dat :
De klassieke verouderingsmethode, dit betekent zonder afschermen van de niet behandelde zijden, is even drastisch als deze waarbij de zijden werden afgeschermd en doorheen de waterwerende laag een gat werd geboord. De wateropname gemeten telkens na 1 week veroudering voor de niet afgeschermden monsters is veel lager dan deze gemeten voor de afgeschermden monsters waarbij achteraan een gat werd geboord (tabel 14). Dit laat vermoeden dat het water dat werd opgenomen tijdens de segmenten met berekening grotendeels verdampt tijdens de navolgende droge segmenten, en dit preferentieel langs de onbehandelde achterzijde. De totale hoeveelheid water die uiteindelijk werd opgenomen per week is voor deze monsters veel hoger. Er wordt dan ook verondersteld dat tijdens de droogfase waterwerend product mee migreert naar de achterzijde waardoor de efficiëntie van de behandeling zelf daalt.
Voor de afgeschermden proefstukjes die vooraan een gat vertonen is de droogfase te kort om volledige verdamping van het ingesijpelde water toe te laten. De verlaagde efficiëntie laat niettemin vermoeden dat tijdens de droging waterwerend product mee migreert naar het gat, waardoor op de meetplaats van de Karsten proef de efficiëntie daalt. Deze hypothese volgde eveneens uit de metingen van de wateropname tijdens de regencycli.

Het afschermen van de niet behandelde zijden veroorzaakt een verhoogde waterwerende efficiëntie. Deze resultaten leunen aan bij de hierboven vermelde uiteenzetting. De hoeveelheid water die tijdens de regencycli wordt opgenomen via de behandelde zijde moet tijdens het drogen terug verdampen langs dezelfde weg. Hier vervalt dus de mogelijkheid van het migreren van waterwerend product naar de achterzijde toe en verklaart de verhoogde efficiëntie van de behandeling.

Tabel 16 : Resultaten van waterabsorptiemetingen met de Karsten pijp, weergegeven als WA-K, zijnde het verschil in geabsorbeerde hoeveelheid water tussen 15 en 5 minuten, uitgevoerd op behandelde baksteen en Euville in functie van de veroudering.

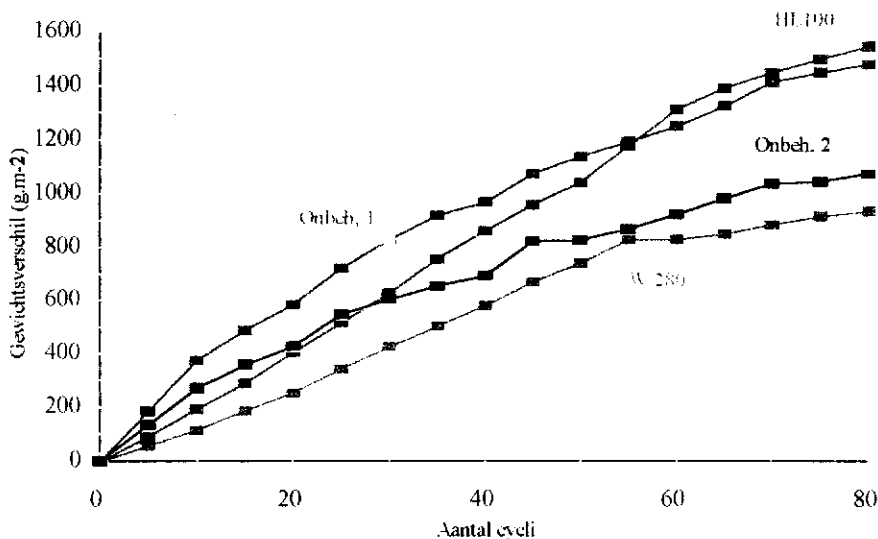
Baksteen	Behandlungsproduct		Onbehandelde zijden afgeschemd	Zouten geëxtraheerd	Gat	Besproeien met H ₂ SO ₄	Waterabsorptieresultaten (WA-K, ml) tijdens veroudering (week)									
	III.100	W.280					0	1	2	3	4	5	6	7	8	
	X			X			0.01	0.01	0.00	0.01	0.00	0.01	0.00	-	-	0.01
		X		X			0.04	0.03	0.00	0.02	0.01	0.01	0.00	-	-	0.01
	X		X	X			0.02	0.02	0.00	0.03	0.00	0.00	0.00	-	-	0.01
		X	X	X			0.02	0.01	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	-	-	0.00
	X		X	X	achteraan		0.05	0.00	0.00	0.00	0.01	0.01	0.01	-	-	0.03
		X	X	X	achteraan		0.03	0.04	0.00	0.00	0.01	0.01	0.01	-	-	0.01
	X		X	X	vooraan		0.03	0.02	0.04	0.01	0.01	0.05	0.01	-	-	0.38
		X	X	X	vooraan		0.05	0.02	0.02	0.01	0.01	0.02	0.01	-	-	0.01
	X		X	X	natuurlijke barst		0.05	0.00	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	-	-	0.01
		X	X	X	natuurlijke barst		0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.03	0.01	-	-	0.01
	X		X	X		X	0.01	0.00	0.01	0.01	0.02	0.00	0.00	-	-	0.01
		X	X	X		X	0.02	0.00	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	-	-	0.00
	X		X	X	achteraan		0.03	0.00	0.01	0.01	0.04	0.04	0.01	-	-	0.03
	X		X	X	vooraan		0.00	0.00	0.00	0.02	0.02	0.01	0.01	-	-	0.00
		X	X	X	vooraan		0.05	0.00	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	-	-	0.00
	X		X	X			0.02	0.03	0.09	0.09	0.45	0.45	0.45	-	-	1.75
		X	X	X			0.02	0.10	0.04	0.04	0.22	0.45	0.37	-	-	1.63
	X		X	X			0.05	0.03	0.17	0.21	0.21	0.05	0.01	0.33	-	0.54
		X	X	X			0.01	0.03	0.02	0.02	0.03	0.10	0.10	0.36	-	0.79
	X		X	X	achteraan		0.03	0.02	0.04	0.00	0.04	0.02	0.02	0.90	-	0.38
		X	X	X	achteraan		0.02	0.03	0.7	0.04	0.04	0.17	0.12	0.27	-	0.78
	X		X	X	vooraan		0.01	0.61	0.01	0.01	0.07	0.21	0.25	0.93	-	1.42
		X	X	X	vooraan		0.05	0.01	0.10	0.22	0.42	0.28	0.28	1.20	-	2.13
	X		X	X	vooraan		0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04	-	0.45
		X	X	X		X	0.04	0.08	0.24	0.10	0.45	0.09	0.50	-	-	1.14

4.2 Kesternich test.

4.2.1 Gewichtsverandering tijdens de veroudering.

De gewichtsverandering van de substraten tijdens de veroudering wordt veroorzaakt door chemische omzetting van bestanddelen van de substraten tot zwavelhoudende verbindingen door inwerking van SO_2 in aanwezigheid van luchtvocht. Het betreft hier hoofdzakelijk een omzetting van CaCO_3 (MW : 100 g.mol⁻¹) tot gips : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (MW : 172 g.mol⁻¹). Het hoger moleculair gewicht van gips veroorzaakt een gewichtstoename enerzijds en een volume expansie anderzijds van de substraten.

De gewichtstoenames van baksteen en Euville, onbehandeld en behandeld met HL100 en W280, in functie van het aantal verouderingscycli in de Kesternich kast zijn weergegeven in resp. figuur 1 en 2.



Figuur 1 : Gewichtsverandering van de onbehandelde baksteen en deze behandeld met HL100 en W 280 in functie van het aantal verouderingscycli in de Kesternich kast.

behandelde verouderde Euville (figuur 6') toont aan dat het oppervlak volledig aangerijkt is met S tot een diepte < 0.1 mm. Deze zwavelrijke oppervlaktelaag vertoont een lagere intensiteit aan Ca tengevolge van het grotere volume van gips ten opzichte van dit van calciumcarbonaat. Daarnaast volgt uit deze figuur dat de grote poriën tegen het oppervlak van de Euville steen eveneens aangetast zijn door SO_2 , gezien ook daar een aanrijking van S zichtbaar is. Bovendien is op het beeld gevormd door de teruggestroomde electronen (bovenaan rechts) een witte lijn zichtbaar op een diepte van ongeveer $50 \mu\text{m}$. Gezien bij deze techniek de zwaardere elementen lichter opkleuren, betekent dit dat op deze plaats het hoogst gehalte aan sulfaten wordt teruggevonden. Daarnaast toont dit beeld dat een oppervlaktelaag van ongeveer $50 \mu\text{m}$ een verlaagde cohesie vertoont met onderliggende materie. Het losrukken van de oppervlaktelaag is dan ook verklaarbaar door kristallisatiespanningen van gips. Tijdens de laatste 20 cycli daalt het gewicht van de onbehandelde Euville, vermoedelijk ten gevolge van het afvallen van gipskristallen tijdens de droogprocedure.

De aantasting door SO_2 van de Euville wordt opmerkelijk afgeremd door beide waterwerende behandelingen, en dit zelfs bij gebruik van een 3 % oplossing. Gedurende de ganse veroudering is de gewichtstoename minder dan 10 % van deze van het onbehandeld monster. Niet-tegenstaande dit, wordt door het bevochtigen van een dwarsdoorsnede geen waterwerend effect waargenomen tot ongeveer 3 mm diepte. Dit impliceert dat door inwerking van SO_2 de waterwerende behandeling tot die diepte is aangetast. Het onderliggende gedeelte vertoont duidelijk parelend effect tot 1 cm, dit laatste zijnde de impregnatiediepte voor de veroudering. Het oppervlak is sterk aangerijkt met S, zowel na behandeling met HL100 als met W280. Bij wijze van voorbeeld wordt in figuur 8' de mapping weergegeven van een dwarsdoorsnede van een Euville behandeld met HL100 na veroudering. Deze figuur illustreert tevens dat rond poriën tegen het oppervlak het calciumcarbonaat wordt omgezet tot gips. Analoog als voor het onbehandelde proefstukje, illustreert het beeld gevormd door de teruggestroomde electronen van beide behandelde Euville monsters (figuur 8', bovenaan rechts) dat een oppervlaktelaag met een dikte tussen 50 en $200 \mu\text{m}$ wordt losgerukt van onderliggend materiaal. De witte lijn, veroorzaakt door een opstapeling van gips, is zichtbaar op een diepte van ongeveer $100 \mu\text{m}$. Het losrukken van de oppervlaktelaag is eveneens verklaarbaar door kristallisatiespanningen van gipskristallen. Vergelijkbare resultaten werden verkregen voor de proefstukjes behandeld met W280.

Deze figuren tonen aan dat gedurende de ganse veroudering beide behandelingen een uitstekende efficiëntie vertonen.

4.2.3 Contacthoekmetingen

De resultaten van contacthoekmetingen van de behandelde baksteen en Euville in functie van de veroudering in de Kesternich kast zijn weergegeven in tabel 18.

Tabel 18: Contacthoek (°) van de behandelde baksteen en Euville in functie van de veroudering in de Kesternich kast.

Substraat	Behandeling	Aantal verouderingscycli				
		0	10	20	25	65
Baksteen	HL100	140	29	27	28	29
	W280		40	39	23	25
Euville	HL100	121	-	114	92	77
	W280		-	102	74	58

Oppervlakken waarvan de contacthoek met een waterdruppel lager is dan 90 ° impliceren lage waterwerende eigenschappen. Het parelend effect na besproeien met water wordt in die gevallen amper waargenomen. De resultaten in tabel 17 tonen aan dat de contacthoek voor het behandelde bakstenen oppervlak reeds na 10 cycli gedaald is tot ver beneden 90 ° voor zowel HL100 als W280. Voor de Euville, die een lager gehalte aan waterwerend product bevat, wordt tot 20 cycli goede waterwerend effect waargenomen. Na 25 cycli vertoont het monster behandeld met HL100 een contacthoek van 92 ° ; het oppervlak behandeld met W280 kan niet als waterwerend worden beschouwd, gezien de contacthoek lager dan 90 ° is.

4.3 Zure mist test

4.3.1 Gewichtsverandering tijdens de veroudering

De gewichtsveranderingen van de monsters tijdens veroudering met zure mist zijn moeilijker interpreteerbaar dan deze bekomen met de Kesternich test. De inwerking van de zwavelzuuroplossing veroorzaakt, na chemische omzetting, tijdens het droogproces een afzetting van gips, hetgeen een gewichtstoename veroorzaakt. Gips heeft een hogere oplosbaarheid in water dan calciumcarbonaat. Ten gevolge van het continu bevochtigen van het oppervlak kan gips worden weggewassen, waardoor een gewichtsvaling wordt bekomen.

Figuur 5 en 6 geven de grafieken weer van de gewichtsverandering van baksteen en Euville, onbehandeld en behandeld met HL100 of W 280, in functie van het aantal weken veroudering met zure mist.

De resultaten voor de onbehandelde baksteen zijn sterk uiteenlopend. Het ene monster vertoont gewichtstoenames tussen 250 en 900 g.m⁻² door vorming van gips, dat tijdens de verdere veroudering wordt weggewassen. Het andere monster vertoont veel lagere gewichtstoenames, hetgeen zou impliceren dat hier het gevormde gips grotendeels wordt weggewassen of dat er minder gips wordt gevormd. Het SEM-EDX beeld van een dwarsdoorsnede van een verouderde onbehandelde baksteen (figuur 9 ') toont aan dat de elementaire verdeling vergelijkbaar is als deze voor de veroudering (figuur 1').

De behandelde bakstenen monsters vertonen tijdens veroudering hoofdzakelijk gewichtsdaling. Zoals verwacht, is het SEM-EDX beeld van een dwarsdoorsnede (figuur 11 ' voor HL100) vergelijkbaar met dit bekomen voor een onbehandelde niet verouderde baksteen (figuur 1 '). Gelijkaardige resultaten werden bekomen voor de behandeling met W280

De chemische aantasting van de Euville steen is groter dan deze van de baksteen. Het beeld gevormd door de teruggestrooide electronen van een dwarsdoorsnede van een onbehandelde Euville toont aan dat het oppervlakte aangetast is tot maximaal 0.1 mm diep (figuur 10'). Deze oppervlaktelaag vertoont een aanrijking van S. In tegenstelling tot de veroudering volgens de Kesternich test, wordt geen aantasting waargenomen in dieper gelegen poriën. Dit impliceert dat het calciumsulfaat gevormd na absorptie van de zure oplossing, tijdens de droogprocedure migreert in opgeloste vorm naar het oppervlak en daar vervolgens uitkristalliseert.

Na behandeling en veroudering vertoont het oppervlak een lichte aanrijking van S (figuur 12 ' voor W280) veroorzaakt door gipsvorming. Het beeld gevormd door de teruggestrooide electronen (bovenaan rechts) toont aan dat een oppervlaktelaagje van 23 µm tot max 100 µm is aangetast en een verlies aan cohesie vertoont. Voor dit monster was het waterwerend effect, bepaald na bevochtigen van de dwarsdoorsnede en evaluatie van het bevochtigd gedeelte, beperkt tot het oppervlak. Uit deze resultaten wordt dan ook vermoed dat door zure inwerking het behandeld laagje wordt losgerukt. Voor de behandeling met HL100 kunnen dezelfde besluiten worden getrokken.

Voor de baksteen kan worden besloten dat na een veroudering van 16 weken de waterwerende eigenschappen voor HL100 en W 280 nog steeds uitstekend zijn.

De Euville behandeld met een 3 % oplossing W 280 vertoont nauwelijks waterabsorptie tijdens de veroudering. Voor een gelijkaardige behandeling met HL100 wordt na 10 weken een waterabsorptie waargenomen tussen 0.15 en 0.6 ml gedurende 10 minuten meettijd. Deze resultaten zouden impliceren dat de W 280 meer bestand is tegen zure regen dan HL100.

4.3.3 Contacthoekmetingen

Tabel 19 bevat de resultaten van contacthoekmetingen op behandelde baksteen en Euville steen voor toenemende veroudering met zure mist.

Tabel 19: Contacthoekmetingen (°) de behandelde baksteen en Euville voor toenemende veroudering met zure mist.

Substraat	Behandeling	Aantal weken veroudering				
		0	2	4	7	16
Baksteen	HL100	140	105	104	95	120
	W280		106	108	112	121
Euville	HL100	121	98	87	84	-
	W280		100	93	79	-

Beide behandelde bakstenen vertonen contacthoeken groter dan 90 °C en dit gedurende de ganse veroudering. Rekening houdende met de resultaten van de waterabsorptiemetingen en de elementaire analyses van de dwarsdoorsnede van deze monsters, kan worden besloten dat de veroudering van de waterwerende laag op baksteen door zure mist eerder beperkt is.

Voor de behandelde Euville daalt de contacthoek tot beneden de 90 ° na minimaal 7 weken veroudering. Overeenkomstig de resultaten van de elementaire analyse kan hieruit worden vastgesteld dat een behandeling op de Euville gebruik makende van een 3 % oplossing aangetast wordt door zure regen.

langer een parelend effect vertoont. Verder onderzoek is dan ook noodzakelijk ter verklaring van dit fenomeen.

5.2 Kesternich test

De baksteen behandeld met HL100 of W280 vertoont tijdens de veroudering in de Kesternich kast een vergelijkbare gewichtstoename als de onbehandelde. Hieruit kan worden besloten dat de waterwerende behandeling de inwerking van SO₂ nauwelijks beïnvloedt. De onbehandelde Euville steen vertoont gewichtstoename die opmerkelijk hoger is dan die van de baksteen. Na behandeling daalt de gewichtstoename tot 10 % van deze van het onbehandeld monster. Niettemin, kon uit de analyse met de electronen microscoop van de onbehandelde en behandelde monsters worden besloten dat enerzijds het oppervlak een hoog zwavelgehalte bevat en anderzijds de oppervlaktelaag van minimum 50 µm een verlaagde cohesie vertoont met de onderliggende laag. Het losrukken van de oppervlaktelaag kan worden verklaard door kristallisatiespanningen van het gevormde gips. Bovendien werd tot een diepte van 3 mm geen parelend effect waargenomen na bevochtigen van een dwarsdoorsnede, implicerende dat de waterwerende behandeling, die oorspronkelijk een impregnatiediepte had van 1 cm, aangetast is tot 3 mm.

Reeds na 10 verouderingscycli is de contacthoek op de baksteen sterk gedaald beneden de 90 °. De behandelde Euville vertoont na 20 cycli contacthoeken hoger dan 100 °. Deze resultaten zijn tegenstrijdig met de bevindingen in de praktijk.

Beide behandelde substraten vertoonden een uitstekende waterwerende efficiëntie na veroudering.

5.3 Zure mist test

Het verloop van de gewichtsverandering van de monsters tijdens de veroudering met zure mist laat geen eenduidige evaluatie toe van de inwerking van zure regen.

De waterwerende efficiëntie van de behandelde baksteen was na de veroudering (16 weken) nog steeds uitstekend. De Euville behandeld met HL100 vertoonde lichte waterabsorptie vanaf 10 weken veroudering, terwijl deze behandeld met W280 nauwelijks waterabsorptie vertoont.

Het parelend effect van de behandeling, geëvalueerd op basis van kontakthoekmetingen, weerspiegelde fenomenen die in de praktijk worden waargenomen. De behandelde baksteen vertoont gedurende de ganse veroudering kontakthoeken groter dan 90 °. Voor de Euville behandeld met HL100 daalt de contacthoek tot beneden de 90 ° na 4 weken veroudering, terwijl voor de behandeling met W280 dit maximaal 3 weken later wordt waargenomen. Vergelijkbaar als voor de waterabsorptiemetingen impliceren deze resultaten dat W280 beter bestand is tegen inwerking van zure regen.

Analyse met electronen microscoop heeft aangetoond dat voor de onbehandelde baksteen de

DWTC-Vochtwerende behandelingen.

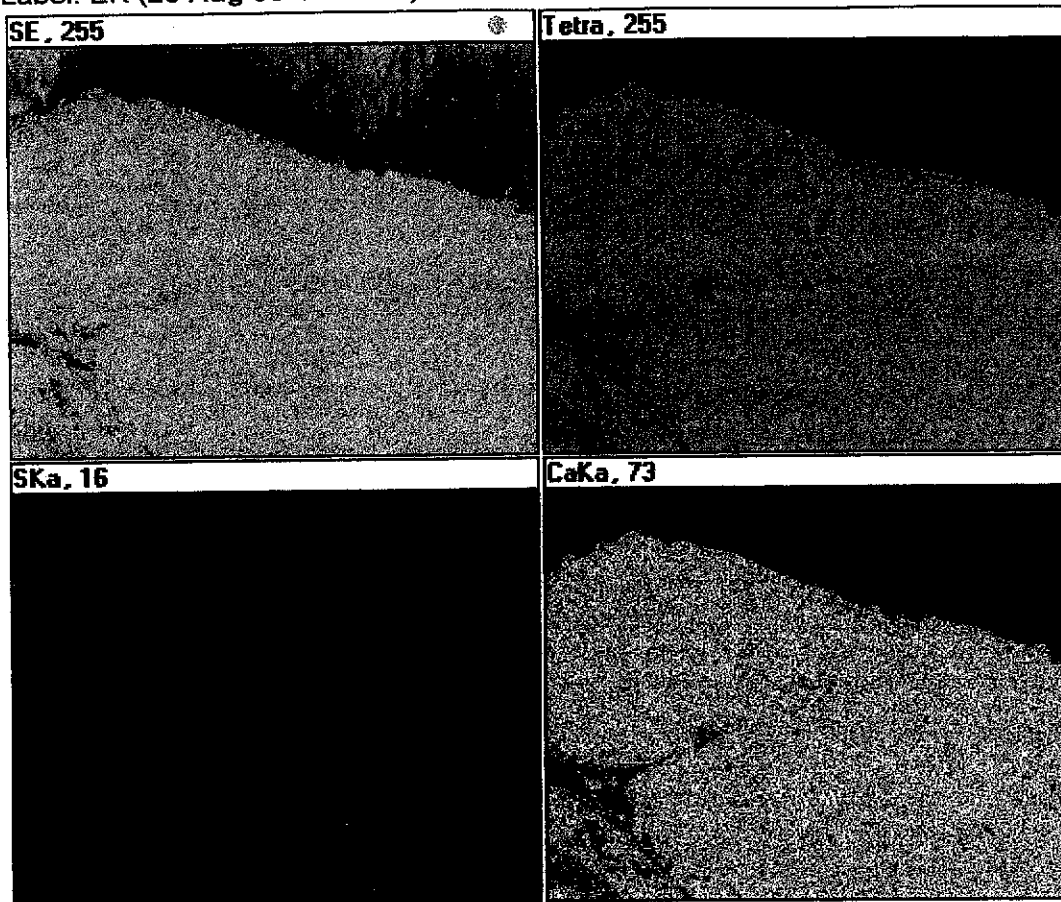
KIK-IRPA

Evaluatie verouderingstechnieken.

SEM-EDX opnames

horende bij bijlage 13

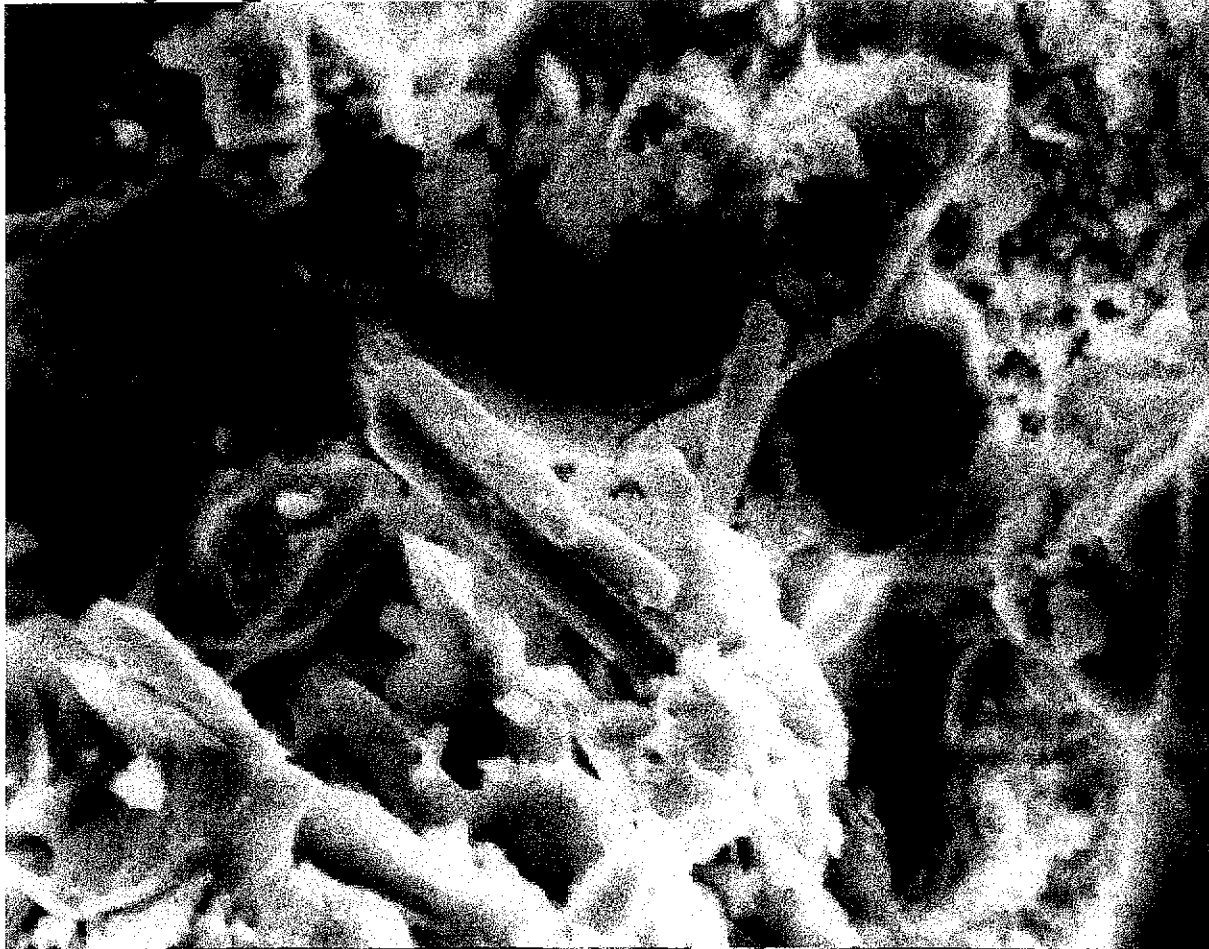
Operator: An
Client: E. De Witte
Job: onbekende stenen
Label: ER (20 Aug 98 11:02:59)



Figuur 2.5 : SEM-EDX beeld van een dwarsdoorsnede van een onbehandelde Euville

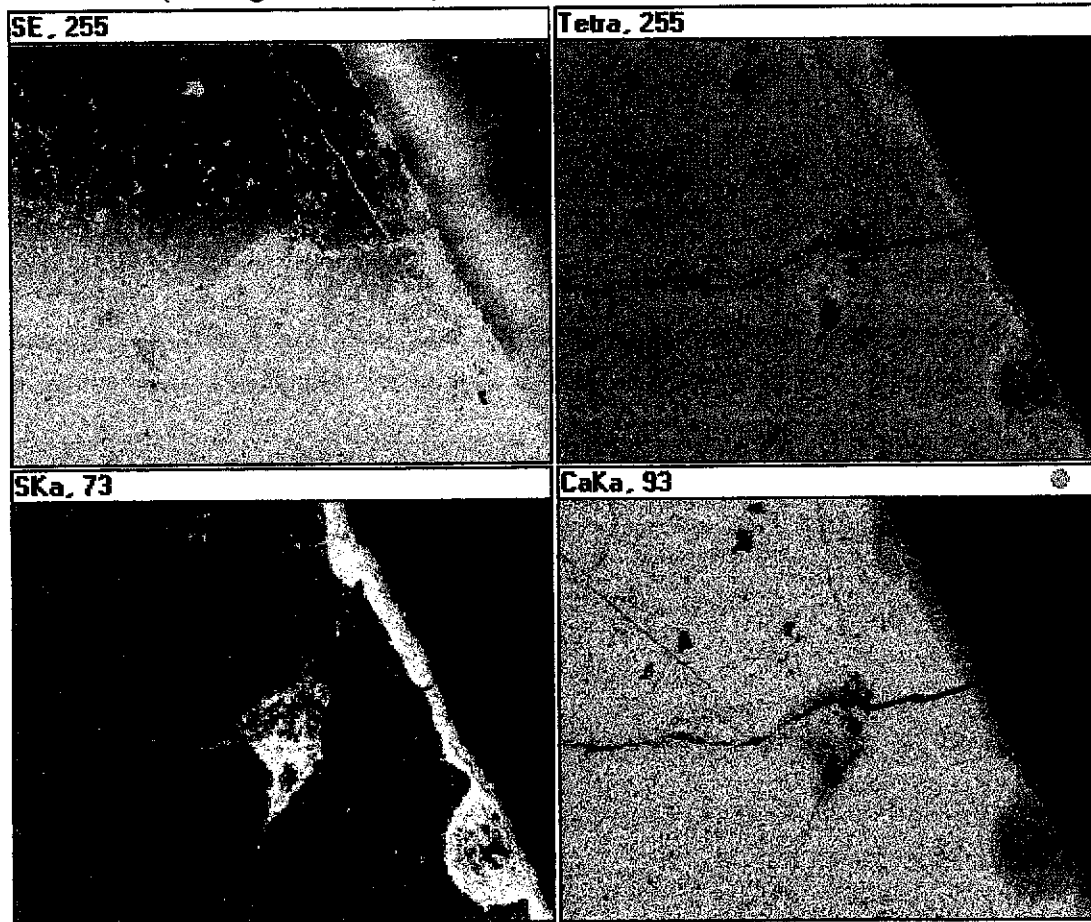
Operator: An
Client: E. De Witte
Job: onbekende stenen
Res: Ultrafine
Label: Image BRS_3

(7 Sep 98 16:11:11)



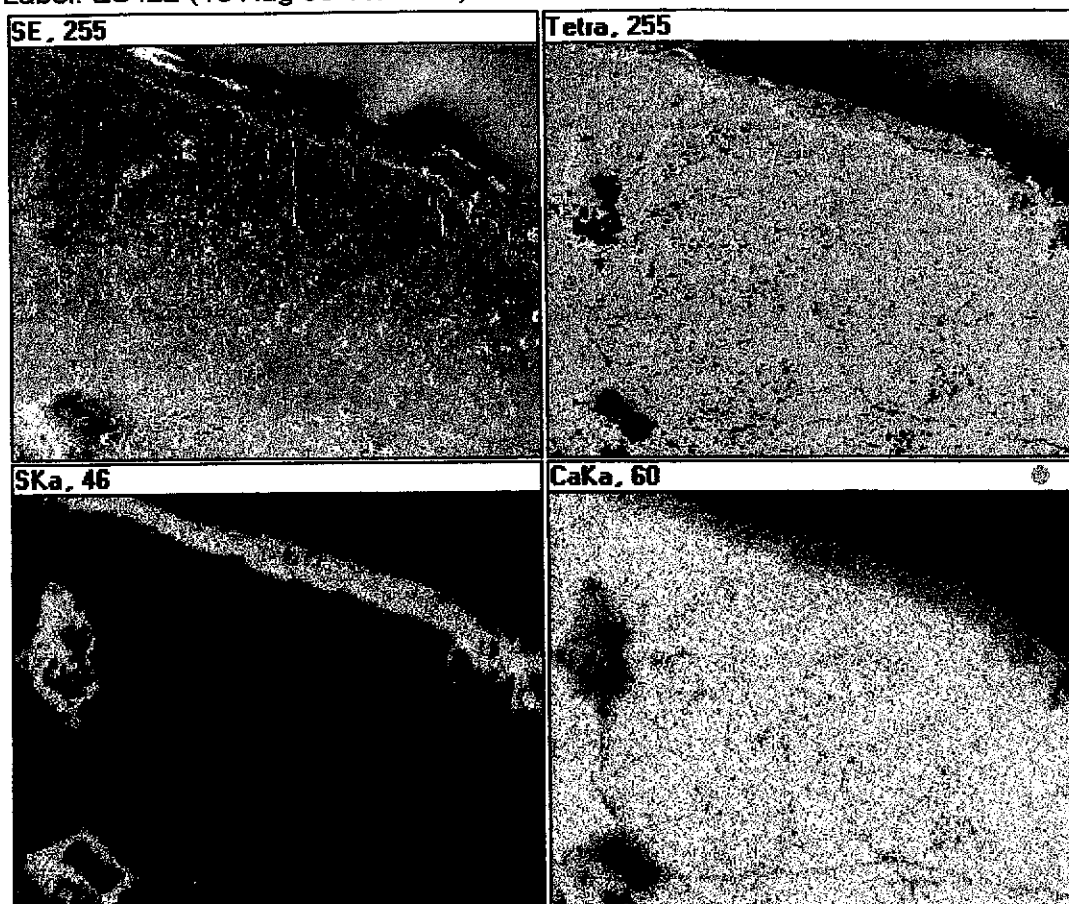
Figuur 4 : Oppervlaktebeeld van een onbehandelde baksteen na veroudering (Kesternich test)

Operator: An
Client: E. De Witte
Job: onbekende stenen
Label: ERS (18 Aug 98 14:41:26)



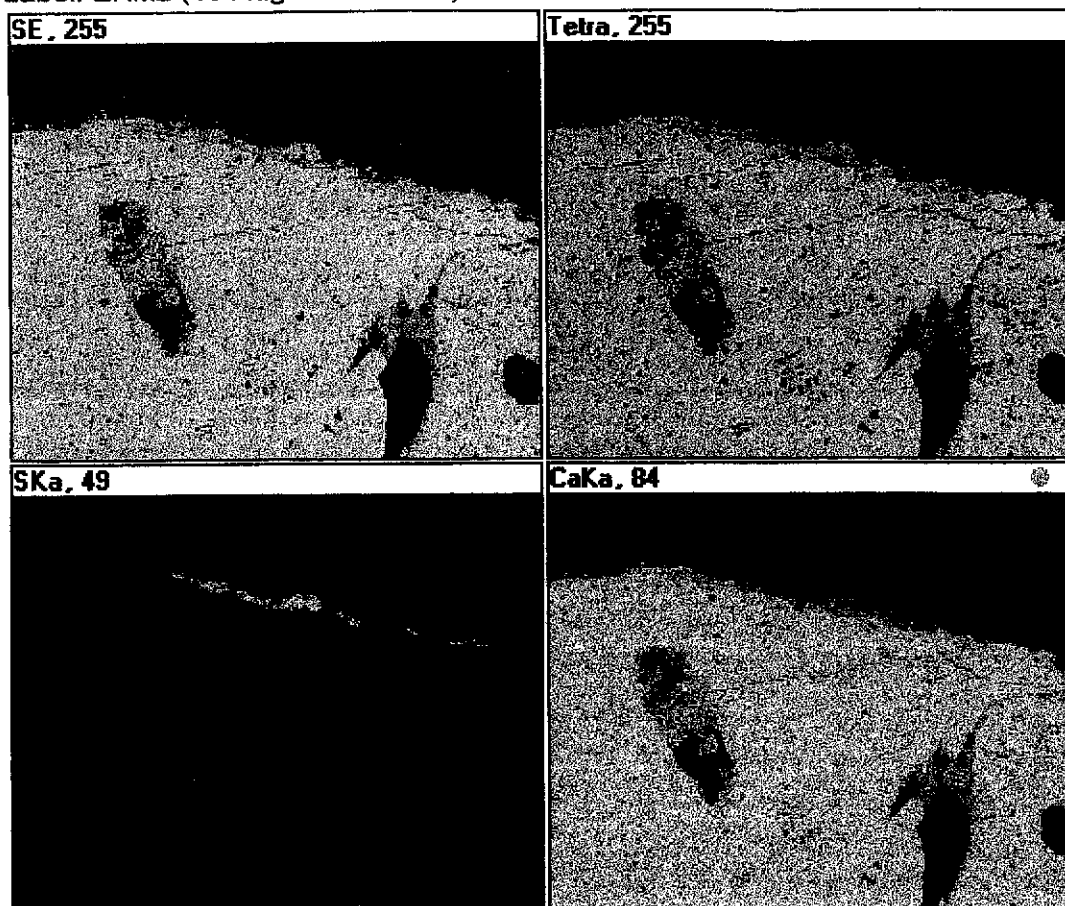
Figuur 6 : SEM-EDX beeld van een dwarsdoorsnede van een onbehandelde Euville na veroudering (Kesternich test)

Operator: An
Client: E. De Witte
Job: onbekende stenen
Label: ES422 (18 Aug 98 10:38:05)



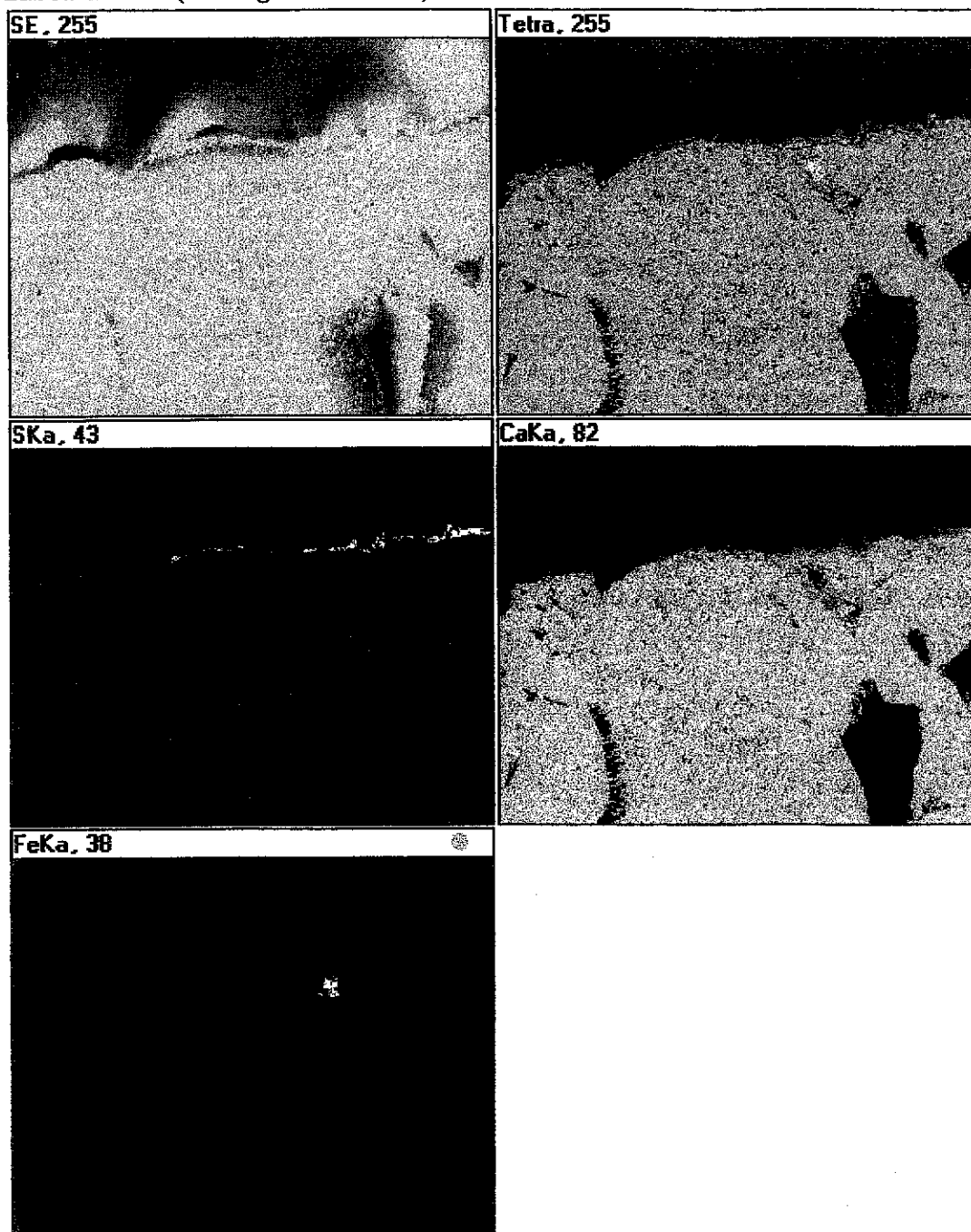
Figuur 8: SEM-EDX beeld van een dwarsdoorsnede van een Euville behandeld met HL100 na veroudering (Kesternich test)

Operator: An
Client: E. De Witte
Job: onbekende stenen
Label: ERM2 (19 Aug 98 15:14:53)



Figuur 10 : SEM-EDX beeld van een dwarsdoorsnede van een onbehandelde Euville na veroudering met zure mist

Operator: An
Client: E. De Witte
Job: onbekende stenen
Label: EM422 (20 Aug 98 08:35:32)



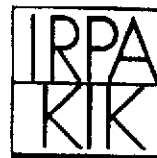
Figuur 12^c : SEM-EDX beeld van een dwarsdoorsnede van een Euville behandeld met W280 na veroudering met zure mist



CENTRE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE
DE LA CONSTRUCTION
(CSTC)

ETABLISSEMENT RECONNU PAR APPLICATION DE L'ARRETE-LOI DU 30 JANVIER 1947

INSTITUT ROYAL
DU PATRIMOINE ARTISTIQUE



SERVICES FEDERAUX DES AFFAIRES SCIENTIFIQUES,
TECHNIQUES ET CULTURELLES

Recherche SSTC - Proposition de document prénormatif

Programme d'appui scientifique à la normalisation nationale et européenne (volet II)

EFFICACITE ET DURABILITE DES HYDROFUGES DE SURFACE

Recherche menée du 01/09/1996 au 31/08/1998

RAPPORT DE FIN DE BIENNALE

Sommaire

- 1 - Introduction
- 2 - Méthodologie d'approche
- 3 - Présentation du rapport
- 4 - Conclusions et recommandations
- 5 - Synthèse de la recherche – Proposition prénormative
- 6 - Annexes

*Contrats SSTC/CSTC-NO/D2/017
SSTC/IRPA-NO/39/017*

- *Administrateur du programme : F. Monteny*
- *Promoteur : J. Venstermans*
- *Promoteur associé : Dr. E. De Witte*
- *Rapporteurs : R. De Bruyn, H. De Clercq, E. De Witte, A. Pien*

octobre 1998



1. Introduction

L'eau et l'altération des matériaux

- La dégradation des matériaux concerne indistinctement les ouvrages prestigieux et classés ou le patrimoine courant. Elle est liée, dans la quasi-totalité des cas, à des phénomènes de pénétration d'eau entraînant entre autres : le gel, la dissolution des liants, la migration et la cristallisation des sels, l'attaque par les pluies acides, les développements biologiques, les encrassements....

Produits hydrofuges, situation en Belgique

- Afin de limiter ces dégâts, l'on a vu apparaître ces dernières décennies, des traitements hydrofuges de surface permettant de réduire les pénétrations d'eau de pluie dans les matériaux de construction, sans en modifier sensiblement l'aspect et la diffusion de vapeur d'eau.

- L'utilité indéniable de ces produits pour la durabilité des ouvrages a entraîné, une demande croissante qui, cumulée aux potentialités chimiques existantes, s'est traduit par l'apparition plus ou moins anarchique de très nombreux produits (plus de 200 formulations différentes dans notre pays !). La multitude de produits, cumulée à l'absence de prescriptions et de normes sur le sujet, ont suscité de très nombreuses questions auprès des praticiens, d'autant que les fiches techniques des fabricants ne reprenaient le plus souvent que des informations peu utilisables et que les très rares rapports d'essais existants ne pouvaient être comparés entre eux.

- Face à cette situation, les laboratoires du CSTC et de l'IRPA ont développé depuis plusieurs années, une procédure d'essai qui a permis de tester et d'établir des rapports comparatifs pour une centaine de produits commercialisés en Belgique. Sur base de l'expérience acquise et de l'évolution actuelle du marché vers de nouveaux produits sans solvants, il est apparu opportun de réviser cette procédure d'essai, de l'adapter aux nouvelles formulations, d'en accroître l'efficacité et la fiabilité.

Situation internationale

- Au niveau international un constat semblable peut être réalisé, qu'il s'agisse de la demande en produits afin de favoriser la durabilité des matériaux de façades, de la multiplicité des formulations proposées et de l'absence de procédures d'essai et/ou de critères de performance normalisés. Outre les difficultés que cela peut entraîner quant à la sélection des produits par les utilisateurs, ces lacunes ne favorisent pas les travaux de Recherche & Développement des multinationales qui fabriquent les résines mères et la commercialisation de leurs produits dans les différents pays.

- Cette situation risque encore de s'aggraver dans le sens où, en l'absence de prescriptions, les différents comités européens de normalisation spécialisés (TC104-Concrete, TC125-Masonry, TC246-Natural Stone,...) pourraient s'investir séparément dans ce domaine et à édicter des procédures spécifiques à chaque matériau et fondamentalement différentes les unes des autres.

- Il existe donc une nécessité urgente d'aborder globalement le sujet à ce niveau. Dans cette optique, les laboratoires du CSTC et de l'IRPA participeront à un programme 'Standards, measurement & Testing' de la DGXII, récemment introduit et accepté par la CEE. Ce programme qui regroupe les 7 laboratoires de recherche européens les plus concernés et 4 multinationales fabriquant des résines de base, débutera le 01/11/1998, pour une durée de 3 ans. Il vise à définir une procédure standardisée acceptée de tous, qui permette de réaliser des essais semblables menant à des rapports de base valables dans les différents pays. Il constitue donc une opportunité de poursuite idéale aux travaux menés en Belgique afin de valoriser et d'élargir les prescriptions d'essai et les critères de performances proposés.

2. Méthodologie d'approche

L'approche menée a été définie et les résultats examinés en comité d'accompagnement lors des réunions :

- 19.09.1996 - voir procès-verbal 96-2
- 10.12.1996 - voir document de travail 96-3 et procès-verbal 96-4.
- 11.03.1997 - voir document de travail 96-5
- voir procès-verbal -KIK 9704
- 27.05.1997 - voir document de travail 97-1
- voir procès-verbal 97/2
- 09.09.1997 - voir document de travail 97/3, proposition de rapport d'avancement de
1ère année
- 18.11.1997 - voir procès-verbal 97/4
- voir documents de travail DWTC-KIK 9705/2 et 9706
- 10.02.1998 - voir procès-verbal 98/3
- 23.04.1998 - voir procès-verbal 98/4
- 17.06.1998 - voir procès-verbal 98/5
- 06.09.1998 et 25.09.1998 - voir rapport final

- Elle est basée sur l'expérience accumulée depuis plus d'une vingtaine d'années par les laboratoires du CSTC et de l'IRPA dans le domaine des hydrofuges et des méthodes d'essais, de même que sur les compétences et la pratique des prescripteurs, des principaux applicateurs et formulateurs de ce type de produit en Belgique et à l'étranger.

- L'élaboration de la proposition de prénorme a été précédée par une mise à jour internationale des éléments disponibles sur le sujet ; que ce soit par une étude bibliographique en ce qui concerne les hydrofuges en général, ou par des contacts directs avec les laboratoires de recherche européens pour les méthodologies d'essais en particulier.

- Au cours des discussions en comité d'accompagnement, les points pour lesquels il semblait exister des lacunes, des doutes ou des avis divergents, ont fait l'objet de campagnes d'essais et les résultats discutés en réunion avant proposition dans la prénorme.

- Il est à noter que les paramètres d'essais ont été retenus en tenant compte de la pratique directe et en réduisant et simplifiant au maximum les procédures, afin d'alléger la méthodologie et à garder des coûts d'essais en rapport avec le marché potentiel de tels produits. Ceci a amené à regret à écarter certains types de supports ou d'essais, en considérant qu'il vaut mieux proposer une procédure simple et susceptible d'évoluer, qu'une démarche complète, mais d'utilisation limitée du fait de sa lourdeur.

3. Présentation du rapport

Indépendamment du sommaire général repris en début de ce document, ce rapport peut être décomposé en 3 parties bien distinctes :

- la première partie descriptive qui reprend ces quatre premiers points,
- la seconde partie, au point 5, qui correspond à la proposition prénormative, c'est-à-dire à la synthèse de la recherche menée,
- la troisième partie enfin, qui reprend le détail de toutes les actions menées dans le but d'aider au choix des paramètres, à la définition de la procédure et à la rédaction de la proposition. Cette troisième partie, de loin la plus volumineuse est reprise sous forme d'une série d'annexes spécifiques à chaque étude.

4. Conclusions et recommandations

La proposition prénormative proposée est basée sur les données internationales les plus récentes, les formulations actuelles, les enseignements de plus de 20 ans d'expériences de chantiers et de laboratoire, ainsi que sur les résultats de nombreux essais complémentaires menés dans le cadre de cette étude.

Il faut toutefois être convaincu que toutes ces données, si elles ont permis d'orienter au mieux le choix des paramètres d'essais et des critères de performance, n'ont pas levé toutes les inconnues et incertitudes sur le sujet et que le document proposé est sujet à évolution en fonction des nouvelles connaissances et du développement de nouveaux produits.

La proposition de méthodologie doit également être examinée, non comme un répertoire de tous les essais possibles et imaginables sur les produits hydrofuges, mais comme une base pratique de travail pour l'examen des performances les plus importantes de ces produits. Dans cette optique, nous nous sommes volontairement limités dans le choix des paramètres, afin de ne pas compliquer la procédure et éviter qu'elle se montre peu pratique, voire inutilisable par sa lourdeur.

Dans un proche avenir et plus précisément dès le début du mois de novembre 1998, cette procédure d'essais aura l'avantage d'être proposée comme document de travail dans le cadre d'une recherche européenne 'S.M.T' sur le sujet. Il s'agit là d'une opportunité idéale dans l'optique de la définition d'une prochaine prénorme européenne et indirectement une possibilité d'amélioration rapide de ce document pour son usage au niveau national et international.

Signalons enfin qu'une des priorités futures, consiste à soumettre cette proposition aux groupements spécialisés européens représentatifs des principaux matériaux de construction (béton, maçonnerie, pierre naturelle,...), afin d'attirer leur attention sur l'existence de ce document, de recueillir leurs avis et remarques sur le texte et de connaître leur position quant à l'utilisation de cette méthodologie comme base de travail pour l'élaboration de prescriptions propres à leur domaine.

Programme d'appui à la normalisation nationale et européenne

TRAITEMENTS D'HYDROFUGATION DE SURFACE

SOMMAIRE

0. Préambule
1. Hydrofuges de surface, définition, mode d'action et formulations concernées
2. Prélèvement, identification et contrôle des produits
3. Sélection des matériaux supports
4. Identification des supports
5. Eprouvettes d'essais, format et nombre
6. Caractérisation et conditionnement des éprouvettes avant traitement
7. Application des produits hydrofuges
8. Conditionnement des éprouvettes après traitement
9. Mesure de l'efficacité des traitements
10. Appréciation de la durabilité des traitements
11. Identification des effets secondaires
12. Proposition de classes de performances

Proposition avancée par les laboratoires du CSTC et de l'IRPA

Contrats *SSTC/CSTC-NO/D2/01701.09.1996* du 31.08.1998

SSTC/IRPA-NO/39/01701.09.1996 du 31.08.1998

0. PREAMBULE

Cette démarche a été possible grâce à l'appui des Services du Premier Ministre Affaires Scientifiques, Techniques et Culturelles (SSTC).

La méthodologie d'essais proposée ci-après et relative aux traitements d'hydrofugation, a été élaborée en commun par les laboratoires du CSTC et de L'IRPA, sur base :

- de l'expérience des 2 laboratoires dans l'élaboration d'avis techniques sur le sujet,
- de contacts industriels et de discussions en groupe de travail,
- d'une approche bibliographique internationale,
- de l'examen des différentes procédures d'essais existant en Europe et des enseignements de recherches spécifiques en laboratoire.

Signalons d'emblée que les performances des produits hydrofuges examinées dans ce document (efficacité, durabilité et effets secondaires sur l'aspect et les caractéristiques hydriques) ne reprennent pas d'éventuelles propriétés complémentaires telles : les effets sur le salissement, sur les développements biologiques,qui *sont influencées par des considérations indépendantes de la qualité des traitements (matériaux déjà ou non contaminés, environnement, conditions météorologiques,...)*.

1. HYDROFUGES DE SURFACE, DEFINITION, MODE D'ACTION ET FORMULATIONS CONCERNEES

Définition : dans ce document, le terme ' hydrofuge de surface ' correspond aux produits utilisés pour réduire les pénétrations d'eau dans les matériaux poreux de construction, sans en affecter, de manière sensible, l'aspect ou les possibilités de séchage.

Formulations concernées : les produits, les plus souvent utilisés à l'heure actuelle pour de tels traitements, sont obtenus par dilution dans des solvants organiques ou dans l'eau, de matières actives de type :

- silanes (silicones monomères)
- siloxanes (silicones oligomères)
- siliconates de potasse ou de soude
- stéarates d'aluminium
- copolymères fluorés

Si les produits sont en majorité obtenus par simple dilution d'une solution mère, il existe des solutions élaborées par mélange de deux ou plusieurs des formulations précitées, avec ou sans traces d'adjuvants susceptibles d'apporter des propriétés spécifiques (agents de pontage de fissures, additifs perlants, biocides,...).

Dans le cadre de la procédure, il est décidé de ne pas opérer, sur base des formulations, de sélection restrictive des produits au départ des essais. La concordance ou non à la définition de produit hydrofuge sera définie sur base de l'ensemble des propriétés mesurées et de leur conformité aux critères de performance édictés.

Signalons que la majorité des solutions hydrofuges, appliquées en façades, sont constituées en grande partie de diluants, dont les propriétés peuvent également influencer de manière non négligeable : l'application, les performances initiales, la durabilité et les effets secondaires des traitements réalisés.

2. PRELEVEMENT, IDENTIFICATION ET CONTROLE DES PRODUITS

Prélèvement

Comme signalé au point 1, la plupart des hydrofuges commercialisés sont constitués de produits réactifs, dilués dans des diluants adaptés. Ces produits peuvent éventuellement contenir des catalyseurs qui, en présence d'eau ou d'humidité de l'air, favorisent une polymérisation qui modifie fondamentalement leur concentration et leurs propriétés initiales.

Dans cette optique et afin de pouvoir réaliser un contrôle de qualité, il est important de prévoir une procédure de prélèvement qui exclut toutes possibilités de modification volontaire ou non de la solution ; qu'elle soit liée à la prise d'échantillon auprès des fabricants, détaillants ou sur chantier, au transport vers le laboratoire d'analyse ou encore à la période de stockage en laboratoire.

Dans cette optique, des flacons à pénicilline de contenance adaptée (150 ml) seront préalablement séchés en laboratoire à 105°C jusqu'à poids constants et refroidis dans un dessiccateur avant d'être temporairement obturés à l'aide du bouchon de fermeture en teflon. Sur les lieux de prélèvement, 2 flacons seront remplis par produit à contrôler. Le transfert du produit se réalisera au moyen d'une pipette parfaitement sèche. Les flacons seront fermés immédiatement après le remplissage et scellés par une capsule inviolable en aluminium. Les 2 flacons seront identifiés par le nom du produit, le code de fabrication, la date de prélèvement et le nom de la personne ayant effectué le prélèvement.

L'un des flacons est envoyé aussi rapidement que possible vers le laboratoire pour analyse, l'autre est scellé dans une enveloppe et gardé auprès du fabricant, pour contre-expertise éventuelle.

Identification

Ce protocole d'analyse comprend les phases ci-après:

- Détermination de la teneur en matières sèches par gravimétrie.
Une quantité de 0,5 g de produit est placée dans une coupelle d'aluminium et conditionnée à 20° C et 55 % d'humidité relative (HR). L'ensemble est pesé à intervalle régulier avec une précision de 1/1000 de gramme. Dès que le poids d'équilibre est atteint (écart < 0,01 g entre 2 pesées à 24 heures d'intervalle), on calcule le pourcentage de matière sèche sur base de la perte de matière. Dans le cas où l'on constate une évaporation totale du produit ou l'absence de dépôt après 1 semaine, le test est recommencé. Dans ce cas, l'essai se déroule comme décrit ci-avant, la coupelle étant préalablement chargée de 5 g de poudre de même nature que celle du support d'essais du produit.
Le résultat est exprimé en masse % par rapport à la quantité de produit initialement pesée.
Il est important de signaler que la teneur mesurée en matière sèche, est différente du pourcentage de matières actives utilisées par les formulateurs. Des coefficients de conversion sont publiés à ce sujet par les fabricants de résines mères
- Détermination de la nature des matières actives par "XRF" (X-ray Fluorescence).
Une petite quantité de matière sèche provenant de la mesure précitée de l'extrait sec est analysée en fluorescence X. On détermine, à ce stade, la nature des métaux présents dans le produit (Si, Al, Sn, ...).
La présence de silicium correspond aux produits silicones, d'aluminium à des stéarates d'aluminium; l'existence de faibles quantités d'étain, de titane, de plomb ou de zinc traduisant la présence de catalyseurs.
- Détermination de la composition chimique du solvant et des matières actives par "FTIR" (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) et/ou "GC-MS" (Gas Chromatography-Mass Spectroscopy).
L'identification par FT-IR est basée sur l'absorption des rayonnements infrarouges par les molécules. Le spectre d'analyse des signaux d'absorption met en évidence la nature des liaisons chimiques et permet l'identification du solvant et des composés actifs.
La technique de transmission solide utilisée nécessite 0,25 g de bromure de potassium (KBr) comprimé sous vide dans un moule à une pression de 250 bar, afin d'obtenir une pastille

transparente. On dépose sur cette pastille une goutte de produit hydrofuge, qui à son tour est couverte d'une seconde pastille de KBr, l'ensemble étant ensuite placé dans l'appareil d'analyse. Pour l'analyse de produits hydrofuges polymérisés, on mélange 10 mg de ce produit avec 0,25 g de KBr. Ceci permet d'obtenir, de la manière décrite ci-avant, une pastille transparente servant à l'analyse.

Dans les deux cas, on retient un spectre avec un balayage de 20 à 100 dans la zone de 400 à 4000 cm^{-1} .

La chromatographie en phase gazeuse - spectroscopie de masse (GC-MS) permet d'identifier les composés volatils tels que les solvants de même que les liaisons silanes et oligomères siloxanes. Cette technique est basée sur la séparation des composants des mélanges qui, ensuite, sont identifiés séparément par spectroscopie de masse.

- Détermination par titrimétrie de la teneur en groupes réactifs des silanes et des siloxanes.
La longueur des molécules peut être extrapolée de la teneur en groupes réactifs qui est préalablement définie par titrage volumétrique. Cette technique donne des informations concernant la nature des silicones actifs (silane, siloxane oligomère et/ou polymère) de même qu'une indication d'un éventuel vieillissement du produit.

Contrôle

En complément à l'identification des produits et à la mise en évidence de leurs performances, il est important, en cas de doute ou de litige, de pouvoir identifier ultérieurement de manière simple et rapide si un produit est conforme à la formulation initialement testée.

Cette procédure simplifiée de contrôle a été développée sur base:

- de la détermination de la teneur en matières sèches par gravimétrie,
- de la détermination de la composition chimique du solvant et des matières actives par "FTIR" et/ou "GC-MS".

Les méthodes d'analyses utilisées sont décrites en détail au paragraphe "identification" ci-avant. La principale différence se situe au niveau de l'interprétation des résultats d'analyses qui, dans ce cas de contrôle, se limite à une simple vérification de la conformité des produits par comparaison des résultats obtenus pour l'échantillon et le produit de référence correspondant.

3. SELECTION DES MATERIAUX SUPPORTS

En fonction des habitudes constructives et des ressources naturelles locales, les matériaux rencontrés en façades diffèrent fortement au niveau des pays et des régions. Dans le cadre d'une approche internationale, il est donc souhaitable de non seulement sélectionner quelques supports types représentatifs des éléments les plus couramment rencontrés en façades, mais d'y ajouter également des supports standards qui serviront d'élément de référence et de comparaison lors de l'examen des résultats d'essais.

Compte tenu de l'expérience actuelle et des procédures existantes, on peut envisager comme **supports représentatifs des matériaux rencontrés en façade en Belgique et susceptible de faire l'objet de traitements hydrofuges**:

- 2 pierres blanches calcaires : **Massangis Roche Jaune** et **Savonnières demi-fine**;
- 1 brique de porosité élevée : **Terca, type "Brique rouge moulée de Campine"**

Pour les **supports standards destinés à servir de référence au niveau européen**, ils sont à définir de commun accord par les milieux internationaux concernés, en ayant entre autres comme critères de base :

- une compatibilité physique et chimique avec les traitements envisagés,
- une bonne homogénéité et des garanties de constance dans le temps basées sur une caractérisation complète et sans équivoque;
- le fait d'être aisément disponible et/ou manufacturé.

Dans ce contexte et en fonction des enseignements des travaux de la recherche, on peut retenir en première approche comme supports standards:

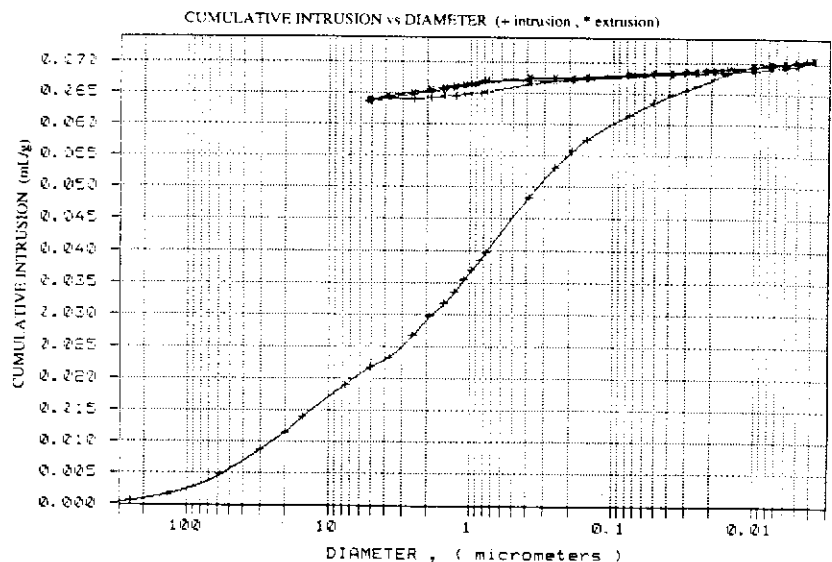
- un mélange élaboré suivant les prescriptions de la EN 196-1, à l'aide d'un ciment CEM I et en utilisant un facteur E/C= 0,70±0.02. Le matériau obtenu est représentatif des bétons de faible compacité;
- un support silico-calcaire fabriqué industriellement, représentatif des supports hydrauliques relativement poreux de type enduits et mortiers.

4. IDENTIFICATION DES SUPPORTS

Les valeurs reprises ci-après sont indicatives; elles correspondent aux caractéristiques moyennes (6 échantillons) des matériaux réceptionnés et testés dans le cadre de la recherche prénormative. Elles sont soumises à modification éventuelle suivant l'évolution des fabrications des matériaux manufacturés ou de l'exploitation des ressources naturelles.

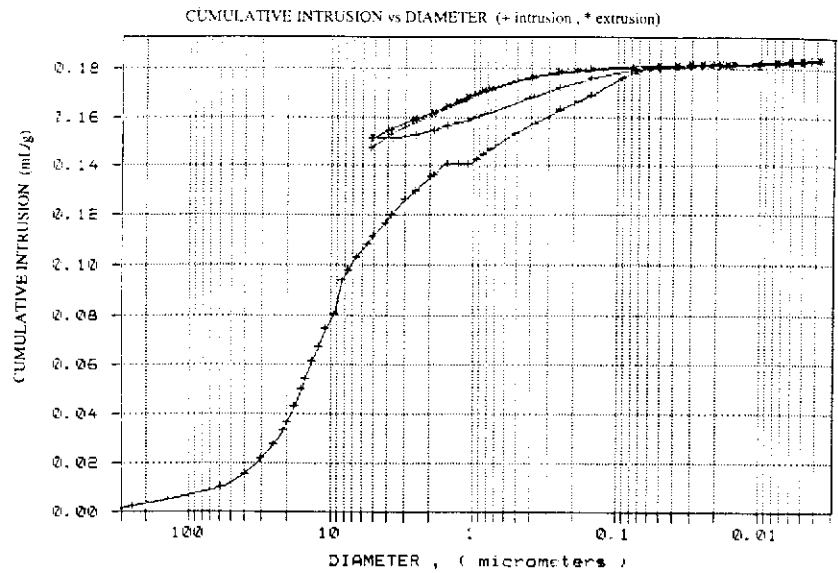
4.1. Pierre calcaire de Massangis Roche Jaune

Masse volumique :
2170 ± 50 kg/m³
Absorption d'eau sous vide:
20 ± 4 vol. %
Porosité totale au mercure :
16 ± 3 vol. %
Répartition des pores
(voir graphique ci-contre)



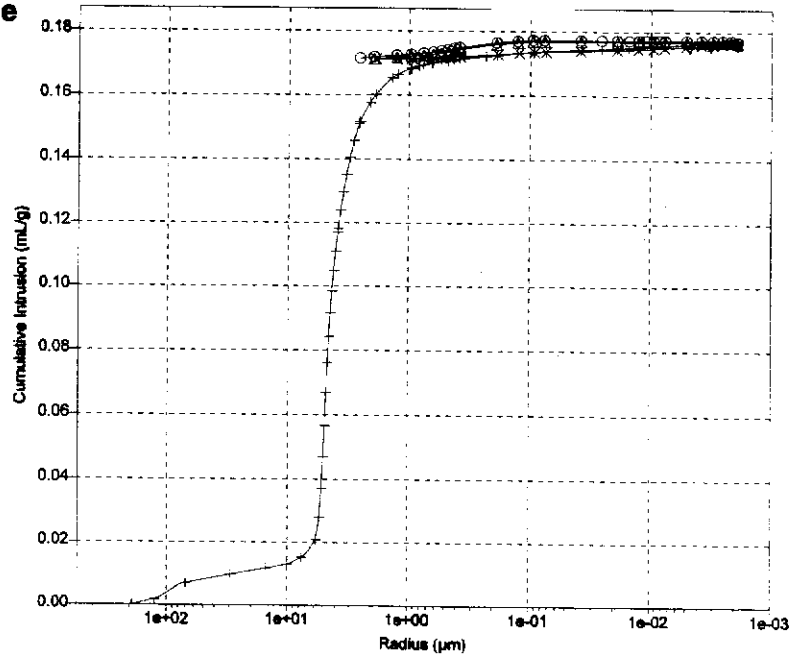
4.2. Pierre calcaire de Savonnières demi-fine

Masse volumique :
 $1670 \pm 40 \text{ kg/m}^3$
 Absorption d'eau sous vide :
 $38 \pm 8 \text{ vol.}\%$
 Porosité totale au mercure :
 $34 \pm \text{vol.}\%$
 Répartition des pores
 (voir graphique ci-contre)



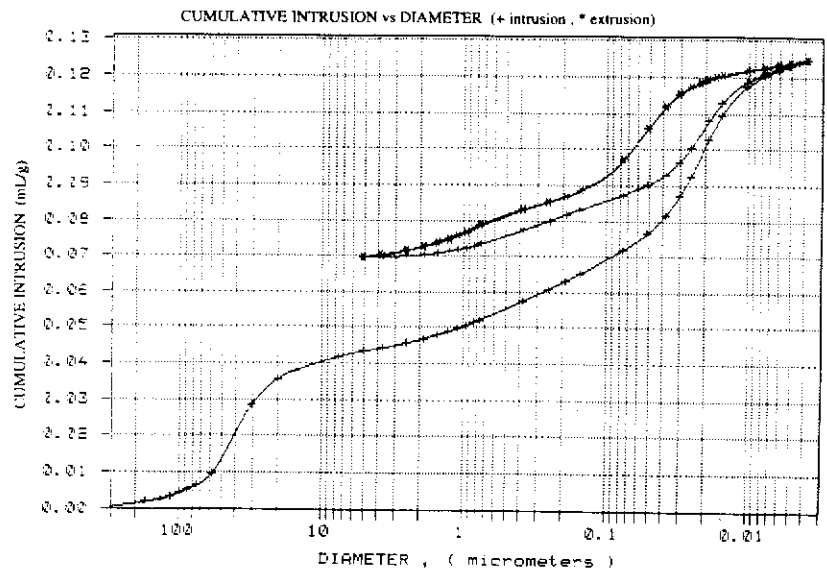
4.3. Brique rouge moulée de Campine

Masse volumique :
 $1820 \pm 50 \text{ kg/m}^3$
 Absorption d'eau sous vide :
 $30 \pm 5 \text{ vol.}\%$
 Porosité totale au mercure :
 $32 \pm 6 \text{ vol.}\%$
 Répartition des pores
 (voir graphique ci-contre)



4.4. Bloc silico-calcaire

Masse volumique :
 $1930 \pm 50 \text{ kg/m}^3$
 Absorption d'eau sous vide :
 $26 \pm 5 \text{ vol.}\%$
 Porosité totale au mercure :
 $25 \pm 5 \text{ vol.}\%$
 Répartition des pores
 (voir graphique ci-contre)



4.5. Support hydraulique (suivant EN 196-1, facteur E/C=0,70)

Masse volumique :

$2100 \pm 50 \text{ kg/m}^3$

Absorption d'eau sous vide:

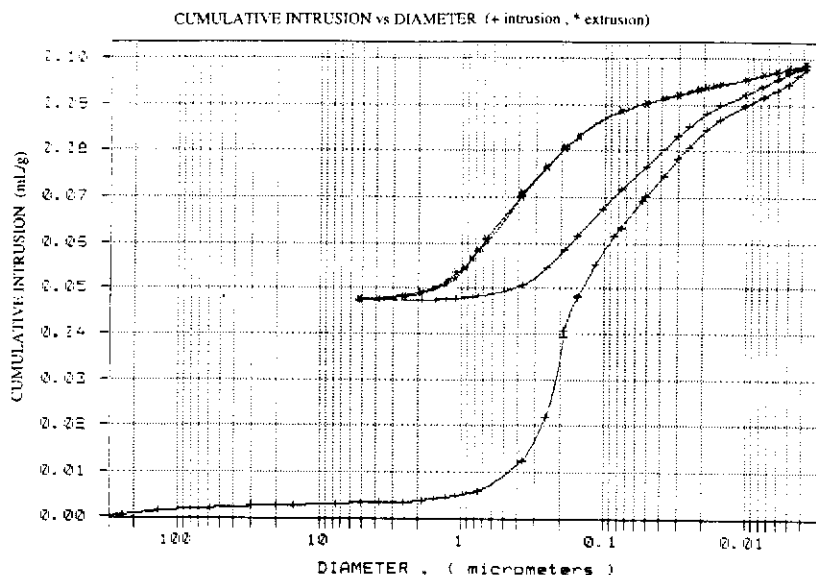
$18 \pm 4 \text{ vol.}\%$

Porosité totale au mercure :

$21 \pm 4 \text{ vol.}\%$

Répartition des pores

(voir graphique ci-contre)



5. EPROUVETTES D'ESSAIS, FORMAT ET NOMBRE

Le choix des dimensions et du nombre minimal d'éprouvettes doit permettre la réalisation de tous les tests envisagés dans la procédure, *en restant aussi conforme que possible avec les prescriptions et/ou normes existantes* et en limitant au maximum l'encombrement des postes d'essais et les coûts liés à la multiplicité des échantillons.

Dans cette optique, on peut retenir par produit testé :

- ◆ pour chacun des 5 matériaux renseignés au point 4 ci-avant, deux éprouvettes de surface utile de $150 \times 50 \text{ mm}^2$ en 20 mm d'épaisseur, pour les mesures d'absorption d'eau à la pipe en verre avant et après traitement, ainsi que pendant et après vieillissement artificiel (les 2 éprouvettes faisant l'objet du vieillissement). Notons que la surface d'essais correspond à la face destinée à rester apparente des matériaux manufacturés (briques et blocs silico-calcaires) et, pour les mortiers fabriqués en laboratoire, les faces latérales contre moule,

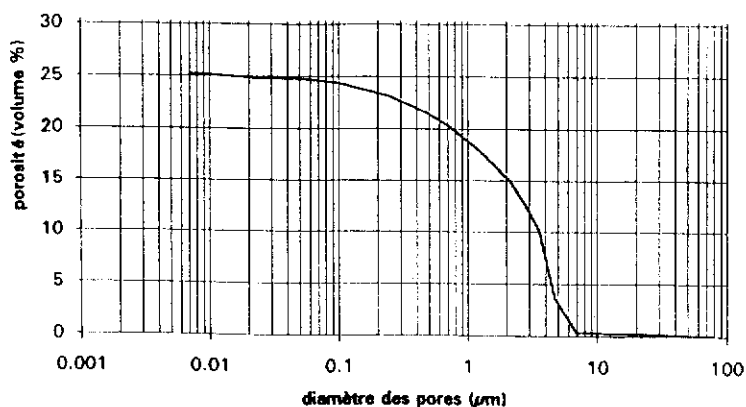
- ◆ pour la brique et le bloc silico-calcaire renseignés au point 4 ci-avant, deux éprouvettes cubiques de $50 \times 50 \times 50 \text{ mm}^3$, pour la définition de l'absorption capillaire et de la courbe d'évaporation.

- ◆ une éprouvette, de diamètre 80 mm et d'épaisseur de 10 mm, pour les mesures de diffusion de vapeur d'eau, avant et après traitement.

Etant donné les difficultés de prélèvement de telles éprouvettes dans les matériaux manufacturés, le choix s'est porté sur une plaquette de terre cuite, de qualité constante, de répartition pométrique reprise ci-contre.

La surface à traiter correspond à la face lisse de la plaquette.

Toutes les éprouvettes sont découpées aux outils diamantés avec une précision de $\pm 2 \text{ mm}$ et rincées à l'eau avant conditionnement.



6. CARACTERISATION ET CONDITIONNEMENT DES EPROUVETTES AVANT TRAITEMENT

La caractérisation des éprouvettes d'essais se différencie de l'identification des matériaux (point 4), dans le sens qu'elle concerne les principales caractéristiques susceptibles d'être influencées par les traitements hydrofuges, à savoir : l'absorption d'eau, l'aspect de surface, la vitesse d'évaporation et la diffusion de vapeur d'eau.

Les influences, liées aux traitements, pouvant être plus ou moins faibles et voisines de la dispersion de certains matériaux, il est important de réaliser les essais sur la **même éprouvette** avant et après traitement (éventuellement après les cycles de vieillissement artificiel).

Dans cette optique et après séchage des éprouvettes (max. 60° C) jusqu'à poids constant ($\Delta < 1 \text{ ‰}$ entre 2 pesées à 24 heures d'intervalle), toutes les éprouvettes, identifiées au dos par un code, sont pesées afin de définir le poids initial sec (P(is)).

Par la suite, avant traitement et par produit:

- les 10 (2X5) éprouvettes 150 x 50 x 20 mm³ font l'objet d'une mesure de couleur et de brillance (voir procédures au point 11.1) et de 2 mesures d'absorption d'eau à la pipe en verre (voir point 9);
- les 4 (2x2) éprouvettes 50 x 50 x 50 mm³ font l'objet d'une mesure d'absorption capillaire et de vitesse d'évaporation (voir points 9.2 et 11.2) ;
- la plaquette de terre cuite est soumise à la procédure de mesure de la diffusion de vapeur d'eau (voir 11.2) en veillant à positionner la face (surface lisse) destinée au traitement futur du côté de l'ambiance "sèche".

Les différentes valeurs obtenues lors de ces essais, permettent de caractériser les éprouvettes non traitées. Elles seront à comparer aux références et aux résultats des mesures semblables, réalisées après hydrofugation et/ou éventuellement vieillissement afin de quantifier l'efficacité, la durabilité et les effets secondaires des traitements.

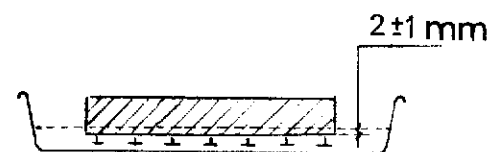
Après les essais de caractérisation, toutes les éprouvettes destinées à l'application des produits (pour rappel, 10 éprouvettes 150 X 50 X 20 mm³, 4 cubes de 50 mm de côté et une plaquette de Ø 80 mm), seront soumises à :

- une immersion totale de 2 heures dans l'eau,
- un conditionnement de 48 heures à 20°C et 55% HR.

7. APPLICATION DES PRODUITS HYDROFUGES

Avant toute utilisation des produits, un examen attentif des notices, étiquettes, fiches techniques et de sécurité, sera mené. Il a pour but de vérifier les dates de péremptions, les manipulations particulières avant utilisation (agitation, éventuels paramètres de mélange ou de dilution, ...), les précautions d'utilisation et d'évacuation des produits.

Le produit prêt à l'emploi est ensuite versé dans un récipient plat de surface minimale de 650 cm² (> 10 x la section des éprouvettes à traiter). Le niveau du produit recouvre de 2 ± 1 mm la partie supérieure des supports placés dans le fond du récipient (voir schéma).



Les éprouvettes conditionnées (voir point 6) sont pesées à 0,01 g (poids initial humide : P (ih)) et posées sur les supports, c'est-à-dire en contact avec le produit hydrofuge, pendant 5 secondes.

Après ce laps de temps, l'éprouvette est retirée de la solution, retournée et pesée aussi rapidement que possible avec une précision de + 0,01 g (poids après application du produit : P (pa)).

Cette manière d'opérer, par contact de surface, évite de nombreuses sources d'erreurs liées à d'autres types d'applications (brosse, spray, ...). D'après l'expérience de laboratoire, elle permet de mettre en œuvre de manière reproductible et sur des surfaces restreintes, des quantités de produits semblables à celles utilisées en pratique sur chantier et renseignées dans les fiches techniques des fabricants.

Les quantités de produits appliquées (Q) sont exprimées en g/m² et obtenues par la formule :

$$Q (g/m^2) = \frac{P_{(pa)} - P_{(ih)} (g)}{\text{Surface traitée (m}^2\text{)}}$$

8. CONDITIONNEMENT DES EPROUVETTES APRES TRAITEMENT

Après application des produits, les éprouvettes sont conditionnées pendant 7 jours à 20°C et 55 % HR. Les éprouvettes sont placées, face traitée vers le haut et espacées de minimum 100 mm afin de réduire les risques de transferts de produits sous forme gazeuse.

Pour certaines formulations, notamment en phases aqueuses, il se peut que l'efficacité initiale optimale ne soit pas atteinte par ce conditionnement et que des cycles d'humidification et de séchage soient nécessaires afin d'obtenir un délavage des tensioactifs contenus initialement dans les formulations.

Même dans ce cas, le conditionnement standard sera respecté et les éventuelles améliorations liées au délavage des additifs tensioactifs seront potentiellement observables, après la première semaine de vieillissement artificiel, par la mesure de l'absorption d'eau à la pipe en verre.

9. MESURE DE L'EFFICACITE DES TRAITEMENTS

9.1. Mesures d'absorption d'eau basse pression

Après la période de conditionnement de 7 jours à 20°C et 55%HR, l'efficacité initiale des traitements hydrofuges est caractérisée par l'examen du comportement à l'eau des surfaces traitées par la mesure de l'absorption d'eau superficielle sous basse pression à la pipe en verre.

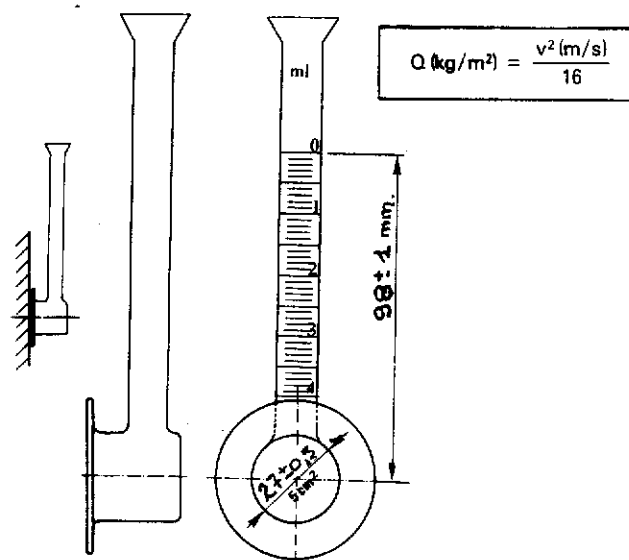
Il s'agit de la méthode définie dans les prescriptions internationales de la RILEM-25PEM et qui consiste à mesurer en fonction du temps, les quantités d'eau susceptibles de pénétrer dans les supports via la surface traitée. La pression d'eau exercée sur la surface est équivalente à 98 mm de hauteur d'eau de la pipe en verre utilisée pour la mesure. Elle correspond à la pression exercée par un vent de l'ordre de 40 m/s (≈140 km/h) perpendiculaire à la surface de mesure. Deux mesures sont réalisées sur chacune des deux éprouvettes 150X50X20 mm³ prévues par traitement et par matériau. Les quantités absorbées sont mesurées après : 5, 10, et 15 minutes et les résultats exprimés en millilitres entre la cinquième et la quinzième minute de l'essai (Δ_{15-5}).

La précision de la mesure est fonction des soins de lecture du niveau inférieur du ménisque de la colonne d'eau sur une échelle graduée en 0.1 ml .

Pour les matériaux très absorbants, c'est-à-dire ceux qui présentent une absorption supérieure à 4 ml après 15 min, il est tenu compte uniquement de temps, exprimé en minutes et secondes, entre la fin du remplissage et la lecture des 4 ml absorbés. Pour la facilité d'interprétation, ce temps est transformé en millilitres potentiellement absorbé par le support en 10 minutes.

De manière pratique, les efficacités sont exprimées en % à l'aide de la formule :

$$\text{efficacité (\%)} = \left(1 - \frac{\Delta_{(15-5)\text{après}}}{\Delta_{(15-5)\text{avant}}}\right) \times 100$$



Pour rappel, la mesure d'absorption à la pipe en verre est non seulement réalisée après les traitements mais également, sur les mêmes éprouvettes et au même endroit, avant les traitements ainsi qu'en cours et après vieillissement artificiel.

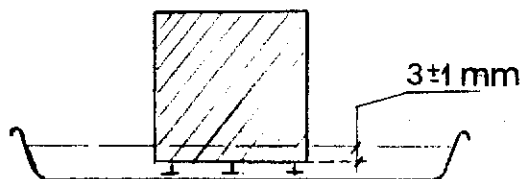
Dans tous les cas et avant mesure de l'absorption, les éprouvettes seront en équilibre (masse constante à 1 % près) en ambiance de 20°C, 55 % HR.

9.2. Mesure de l'absorption d'eau par capillarité.

Cette mesure concerne les 4 éprouvettes cubiques de matériau silico-calcaire et de brique de 50 mm de côté. Elle est menée sur les mêmes éprouvettes avant et après traitement, ainsi qu'après les cycles de vieillissement artificiel. Pour les mesures après traitement, une période de conditionnement de 7 jours à 20 °C et 55 % HR est respectée.

Afin d'éviter les phénomènes d'effets de bords lors de l'absorption capillaire, les 4 faces latérales des éprouvettes, sont soigneusement couvertes au pinceau d'une couche d'époxy tixotrope, sur une hauteur de 5 ± 1 mm à compter à partir de la face traitée. Avant polymérisation de la résine, les 4 faces sont recouvertes d'une feuille d'aluminium, en s'assurant de la bonne adhérence de l'aluminium avec l'époxy non encore polymérisé. Les éprouvettes sont ensuite placées en étuve à 45°C jusqu'à poids constant ($\pm 1/100$ en masse, précision de la pesée de 1/100 de g.) et placées dans un dessiccateur à 20°C jusqu'au moment des essais. La procédure d'essai est inspirée des prescriptions RILEM 25 PEM(II-6).

Après pesée initiale (± 0.01 g), la surface traitée des échantillons est immergée sous 2 mm d'eau, dans un récipient muni d'un couvercle. Après des délais de 1, 3, 5, 10, 15, 30, 60, 480 et 1440, 2880 minutes, les éprouvettes sont prélevées, la surface en contact avec l'eau tamponnée précautionneusement à l'aide d'une peau de chamois humide et les poids définis avec une précision du centième de gramme.



Les résultats obtenus sont reportés en graphique et permettent de calculer la vitesse d'absorption d'eau durant la phase capillaire (généralement la première droite du graphique obtenu) et la quantité d'eau absorbée à la fin de la durée de l'essai.

10. APPRECIATION DE LA DURABILITE DES TRAITEMENTS

La durabilité est l'aptitude d'un traitement à garder ses caractéristiques initiales dans des conditions normales d'exposition aux contraintes de l'environnement.

Suite aux contacts avec les laboratoires spécialisés des fabricants de résines silicones, il est apparu comme difficile de définir de manière limitative les contraintes susceptibles d'altérer ce type de traitement.

Dans cette optique et sur base d'essais comparatifs réalisés à l'aide de différents appareillages, il apparaît souhaitable de retenir pour des essais de vieillissement en laboratoire, les contraintes : de rayonnement ultraviolet, de température et d'humidification.

Les cycles retenus sont ceux prescrit dans la norme SAE J1960 (JUN89) 'ACCELERATED EXPOSURE OF AUTOMOTIVE EXTERIOR MATERIALS USING A CONTROLLED IRRADIANCE WATER-COOLED XENON ARC'.

Deux éprouvettes prismatiques de $150 \times 50 \times 20$ mm³ sont considérées par type de support et de produit (total 10 éprouvettes), ainsi que les 4 éprouvettes cubiques.

Le vieillissement artificiel total comprend 448 cycles, décomposés en :

- 40 minutes de rayonnement de la lampe xénon (irradiance de 0.55 ± 0.01 W/m² à 340 nm) à la température de 70 ± 2 °C au corps noir ;
- 20 minutes de rayonnement défini ci-avant, avec pulvérisation d'eau (température de 70 ± 2 °C au corps noir) ;
- 60 minutes de rayonnement décrit ci-avant, à la température de 70 ± 2 °C au corps noir ;
- 60 minutes de pulvérisation d'eau à la température ambiante de 38 ± 2 °C.

L'efficacité des traitements est appréciée : par mesures de l'absorption d'eau de surface à la pipe en verre (voir point 9.1) avant vieillissement, après 56 cycles, 224 cycles et 448 cycles, ainsi que par mesures d'absorption capillaire avant et après les 448 cycles de vieillissement artificiel.

L'évolution de la durabilité est obtenue par comparaison des mesures précitées.

Rappelons que les éprouvettes doivent, avant réalisation des mesures, être en équilibre (masses constantes à 1 % près) en ambiance de 20°C et 55 % HR.

11. IDENTIFICATION DES EFFETS SECONDAIRES

Les effets secondaires directs des produits hydrofuges considérés dans ce cas sont liés à des modifications non souhaitées et qui peuvent limiter l'application de ces traitements. Ceci par opposition à des effets complémentaires indirects et favorables comme par exemple la réduction des encrassements ou des développements biologiques et qui ne sont pas considérés dans le cadre de cette proposition.

11.1. Influence sur l'aspect

L'influence des traitements sur l'aspect peut être liée à une modification de la tonalité et/ou de la brillance. L'expérience montre que ces produits incolores peuvent accentuer l'une et/ou l'autre de ces caractéristiques de surface, de manière proportionnelle aux quantités mises en œuvre et aux concentrations en matières actives des solutions appliquées.

Les mesures de l'influence se réalisent, comme toutes les autres mesures, un minimum de 7 jours après application des produits (voir point 6). Elles consistent à comparer les résultats obtenus avant et après traitement sur les deux éprouvettes d'essai prévues par type de matériau support et au mêmes endroits (annotés pour plus de précision).

11.1.1. Mesures de la couleur

Compte tenu de l'hétérogénéité d'aspect des matériaux considérés par les traitements, le colorimètre utilisé présentera une fenêtre de mesure ainsi large que possible, compatible avec la dimension des éprouvettes à tester (150 X 50 X 20 mm³). Dans le cas contraire, on tiendra compte de la moyenne d'un nombre d'autant plus important de résultats que la fenêtre de mesure est petite, en considérant une surface de mesure totale de ≈ 20 cm² au minimum. La mesure est menée conformément aux prescriptions de la CIE-1976, à l'aide d'un chromamètre à éclairage arc xénon pulsé (PXA), index C, géométrie "wide area/0°", mesures exprimées selon $L^*a^*b^*$.

L'écart entre les mesures avant et après traitement est calculé à l'aide de la formule :

$$\Delta E^*_{ab} = (\Delta^*L^2 + \Delta^*a^2 + \Delta^*b^2)^{1/2}$$

et la moyenne calculée sur base des 4 mesures (2 mesures sur chaque éprouvette). Le résultat est exprimé avec une précision d'une unité de ΔE .

11.1.2. Mesure de la brillance

L'influence sur la brillance est mesurée sur les mêmes éprouvettes 150 X 50 X 20 mm³, avant et minimum 7 jours après application du produit hydrofuge. L'appareillage utilisé est conforme à la norme ISO 2813 et la mesure s'effectue sous un angle de 60°. Afin de réduire les erreurs liées à la dispersion de surface des matériaux supports, l'appareil est positionné avec précision sur des emplacements de mesure annotés. L'écart de brillance est calculé par différence de la mesure avant et après traitement. Le résultat est exprimé avec une précision d'une unité de brillance.

11.2. Influence sur les caractéristiques hydriques de surface

Les caractéristiques hydriques de surface identifient non seulement les potentialités de pénétration d'eau venant de l'extérieur dans les matériaux (voir efficacité des traitements - point 9), mais également les possibilités de passage vers l'extérieur de l'eau contenue dans les supports. Le maintien de cette dernière propriété est important dans la mesure où elle permet l'évacuation des pénétrations accidentelles, des condensations internes, de la vapeur d'eau et permet de maintenir un matériau aussi sec que possible.

Dans cette optique, les deux méthodes d'essai les plus adaptées concernent :

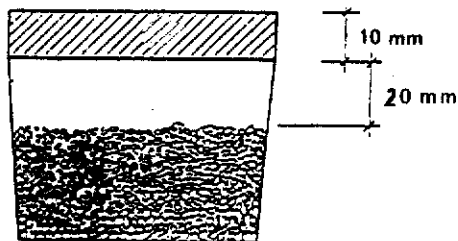
- la mesure de la diffusion de vapeur d'eau, qui caractérise le transfert de l'eau sous forme de vapeur et correspond aux possibilités d'assèchement d'un matériau relativement sec ;
- la mesure de la vitesse d'évaporation, qui caractérise le transfert de l'eau sous forme liquide et vapeur et traduit la possibilité d'assèchement d'un matériau fortement humide.

11.2.1. Mesure de la diffusion de vapeur d'eau

Cette mesure est réalisée sur la même plaquette d'essai \varnothing 80mm et épaisseur de 10mm (voir identification au point 5), avant et après le traitement hydrofuge.

La méthode d'essai s'inspire des prescriptions de la RILEM-25PEM et de la norme DIN 52615.

L'ambiance d'essai est conditionnée à 20°C et 55 % HR et le récipient rempli de silicagel jusqu'à 10 mm de la surface de l'éprouvette.



Rappelons que le délai entre le traitement et l'essai est de minimum 7 jours et que, lors de l'essai, la face traitée de l'éprouvette est placée du côté de l'ambiance sèche (côté silicagel).

11.2.2. Mesure de la vitesse d'évaporation (voir RILEM-25 PEM-essai II.5)

Cette mesure est menée sur les éprouvettes cubiques (50 X 50 X 50 mm³) de brique et de matériau silico-calcaire, avant et après traitement. En pratique et par facilité, les mesures de vitesse d'évaporation se réalisent sur les mêmes éprouvettes et directement après les essais d'absorption par capillarité définis au point 9.2.

Après les essais d'absorption précités, les éprouvettes recouvertes d'une feuille d'aluminium sur les 4 faces latérales (avec encollage partiel à l'époxy- voir préparation des éprouvettes au point 9.2), sont mises sous eau durant 24 heures, prélevées, la surface en contact avec l'eau tamponnée précautionneusement à l'aide d'une peau de chamois et les poids définis avec une précision du centième de gramme.

La face libre opposée au traitement est ensuite également couverte d'aluminium, en assurant l'étanchéité avec les faces latérales déjà protégées.

Les éprouvettes sont ensuite conditionnées à 20°C et 55% HR, face hydrofugée vers le haut.

La vitesse d'évaporation est mesurée par pesées (précisions de 0.01 g) après 1, 2, 3, 5, 10, 24, 48, 96 et 192 heures et les valeurs portées en graphique (en ordonnée les pertes de poids, en abscisse le temps en heures).

Pour les matériaux considérés dans cette approche, la potentialité d'évaporation après traitements est définie par le rapport des évaporations mesurées entre 96 et 192 heures, respectivement pour le support traité et non traité.

12 PROPOSITION DE CLASSES DE PERFORMANCE

Comme dans le cadre de la procédure il est décidé de ne pas opérer de sélection restrictive des produits au départ des essais, la concordance ou non à la définition de produit hydrofuge, est à définir sur base de l'ensemble des résultats d'essais examinés aux points précédents. Dans cette optique, les classes de performance ci-après visent à définir des critères permettant de juger de la concordance des performances mesurées à celles généralement admises et souhaitables pour un traitement hydrofuge de qualité. Il est évident que les valeurs citées sont indicatives et peuvent être écartées si elles ne correspondent pas au cas rencontré et/ou considérées avec plus de sévérité ou de manière moins restrictive en fonction d'utilisations particulières.

Notons qu'en général les classes de performance sont renseignées par type de support, c'est-à-dire qu'un produit peut par exemple appartenir à une certaine classe de performance pour une pierre naturelle, à une autre pour le mortier et le béton, et à une troisième pour la brique.

Classes d'efficacité initiale et de durabilité :

- **Mesure d'absorption d'eau sous basse pression :** l'efficacité calculée entre les absorptions obtenues sur matériau traité et non traité sera :

classe	efficacité calculée
A	eff. > 95 %
B	85 % < eff. < 95 %
C	75 % < eff. < 85 %
D	eff. < 75 %

- **Mesure de l'absorption d'eau par capillarité :** la vitesse d'absorption (coefficient angulaire de la courbe d'absorption) après traitement (efficacité initiale) ou après vieillissement (durabilité), comparée à la vitesse d'absorption avant traitement, sera :

classe	absorption relative
A	abs. < 5 %
B1	abs. < 5 % (premières 60 minutes) 5 % < abs. < 15 % (après)
B2	5 % < abs. < 15 %
C	15 % < abs. < 25 %
D	abs. > 25 %

Critères liés aux effets secondaires :

- **Mesure de la couleur :** les écarts ($\Delta E^*_{ab} = (\Delta^*L^2 + \Delta^*a^2 + \Delta^*b^2)^{1/2}$) des moyennes des 4 mesures de couleur réalisées aux mêmes endroits, avant et après traitement, seront :

classe	écart calculé
A	$\Delta E < 6$ unités
B	$\Delta E > 6$ unités

- **Mesure de la brillance :** la moyenne de différences entre les 2 mesures réalisées sur les mêmes éprouvettes et au même emplacement, avant et après traitement, sera :

classe	écart calculé
A	écart < 3 unités
B	écart > 3 unités

- **Mesure de la diffusion de vapeur d'eau :** la réduction de la diffusion de vapeur d'eau du support standard suite au traitement sera :

classe	réduction de diffusion
A	red. < 10 %
B	10 % < red. < 20 %
C	20 % < red. < 40 %
D	red. > 40 %

- **Mesure de la vitesse d'évaporation :** le rapport des coefficients angulaires des courbes d'évaporation entre la 96^{ème} et 192^{ème} heure d'essai, sera :

classe	Rapport des évaporations avant et après traitement
A	> 90 %
B	60 % < . < 90 %
C	30 % < . < 60 %
D	< 30 %

Les différents documents repris en annexes concernent des approches menées en laboratoire, in situ et auprès des formulateurs et des fabricants.

Elles ont été menées dans l'optique d'optimiser le travail (approches bibliographiques, contacts internationaux,...), de combler des inconnues et de résoudre au mieux des problèmes rencontrés dans l'élaboration des méthodes d'essais.

Les résultats et enseignements de ces approches ont été discutés en comité d'accompagnement dans le but de sélectionner et de définir de manière aussi adaptée que possible les paramètres de la procédure d'essais proposée. Le détail des résultats de ces travaux sont repris aux annexes 1 à 14 ci-après :

- Annexe 1, 'CONTACTS INDUSTRIELS – COMITE D'ACCOMPAGNEMENT'
- Annexe 2, 'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE DES METHODOLOGIES D'ESSAIS POUR
TRAITEMENTS HYDROFUGES'
- Annexe 3, 'APPROCHE EUROPEENNE DES METHODOLOGIES D'ESSAIS'
- Annexe 4, 'ETUDE RELATIVE AUX SUPPORTS BRIQUES ET PIERRES BLANCHES'
- Annexe 5, 'ETUDE RELATIVE AUX SUPPORTS A LIANTS HYDRAULIQUES'
- Annexe 5 bis, 'APPROCHE COMPLEMENTAIRE DE L'HOMOGENEITE DE MATERIAU
SILICO CALCAIRE'
- Annexe 6, 'APPLICATION DES HYDROFUGES-DETERMINATION DU TEMPS DE
CONTACT - ESSAIS EN LABORATOIRE ET IN SITU'
- Annexe 7, 'PRELEVEMENT, IDENTIFICATION ET CONTROLE DES PRODUITS
HYDROFUGES'
- Annexe 8, 'CONDITIONNEMENT DES EPROUVETTES AVANT ET APRES
TRAITEMENTS'
- Annexe 9, 'ESSAIS CROISES DE REPARTITION POROMETRIQUE AU POROSIMETRE
MICROMERITICS'
- Annexe 10, 'MESURE DE L'ABSORPTION D'EAU DES SUPPORTS TRAITES A LA PIPE
DE KARSTEN'
- Annexe 11, 'MESURE DE L'EFFICACITE DES TRAITEMENTS- APPROCHE DES PLUIES
BATTANTES ET DES INTENSITES DE VENT EN BELGIQUE'
- Annexe 12, 'CAMPAGNE D'ESSAIS'
- Annexe 13, 'EVALUATION DES TECHNIQUES DE VIEILLISSEMENT'
- Annexe 14, 'MICROSCOPIE ELECTRONIQUE – IMAGES DE L'ANNEXE 13'