



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'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 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:

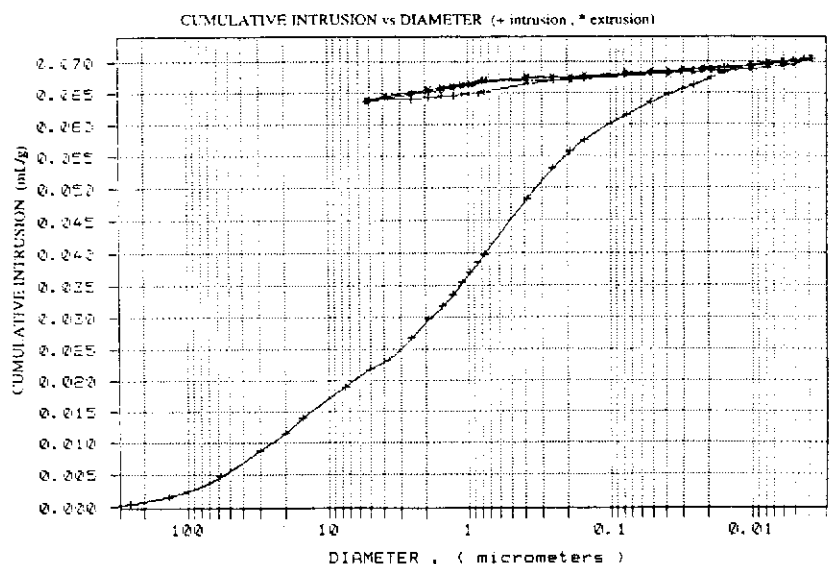
- un **mélange élaboré suivant les prescriptions de la EN 196-1, à l'aide d'un ciment CEM I et en utilisant un facteur E/C= 0,70±0.02**. Le matériau obtenu est représentatif des bétons de faible compacité;
- un **support silico-calcaire fabriqué industriellement**, représentatif des supports hydrauliques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

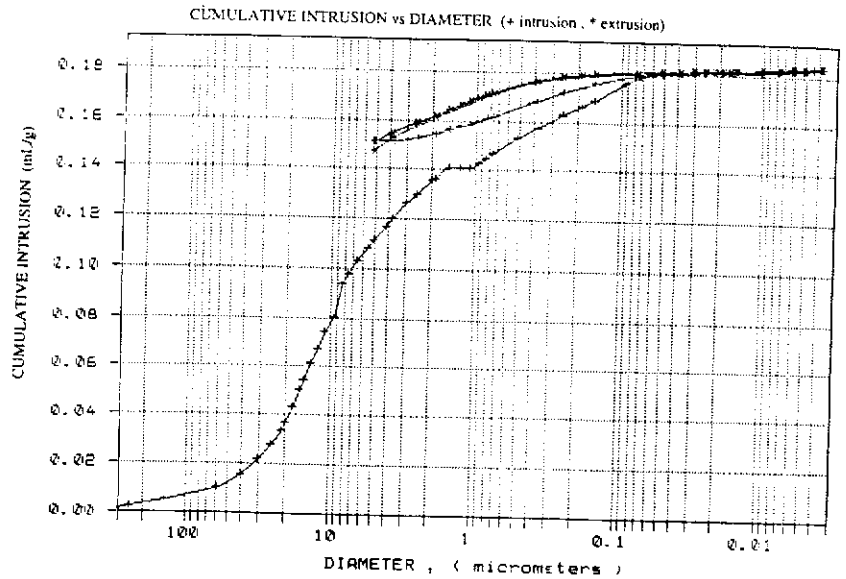
4.1. Pierre calcaire de Massangis Roche Jaune

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)



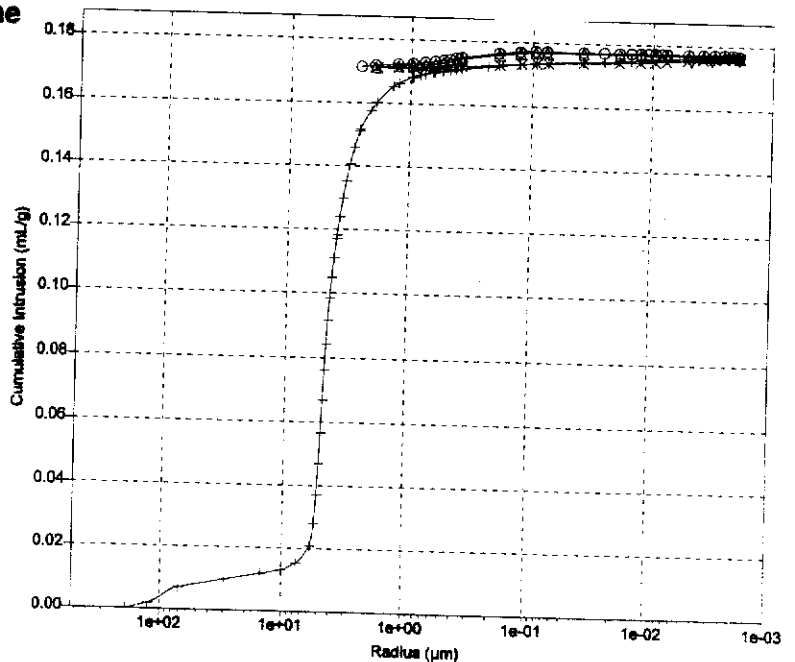
4.2. Pierre calcaire de Savonnières demi-fine

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)



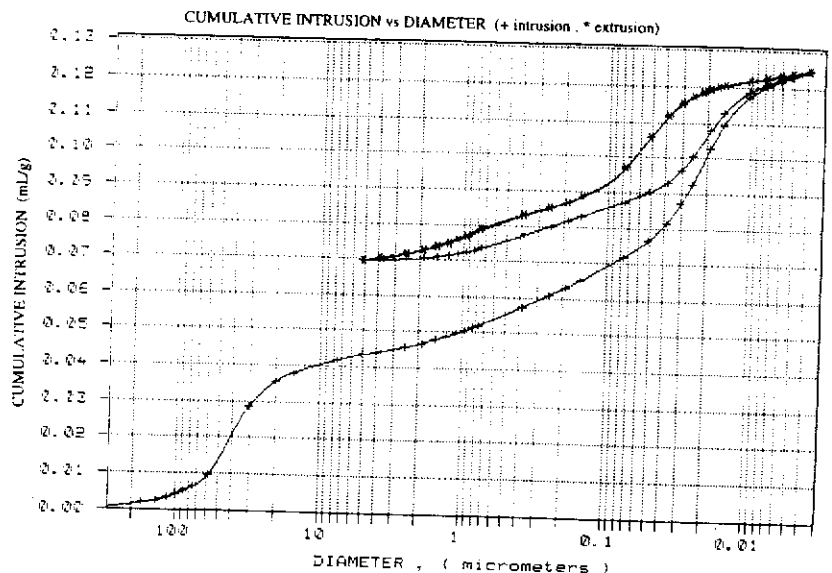
4.3. Brique rouge moulée de Campine

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:

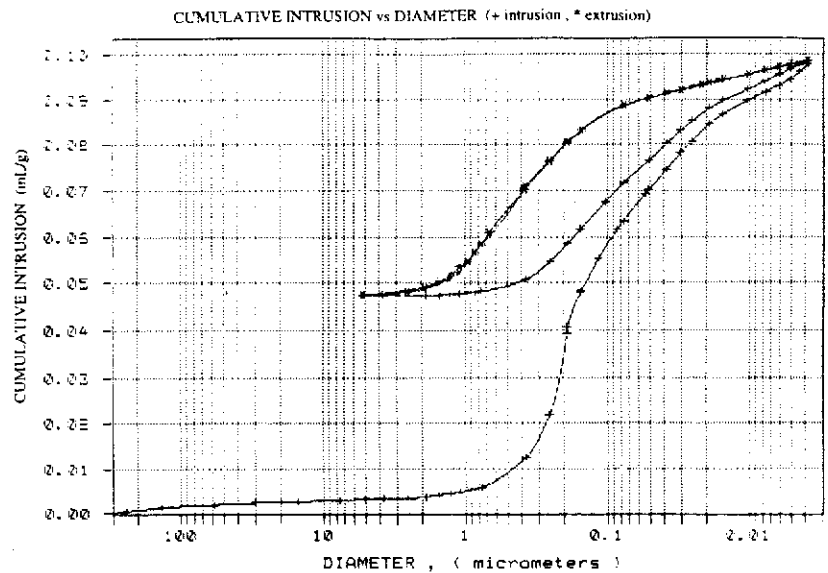
$18 \pm 4 \text{ vol.}\%$

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.

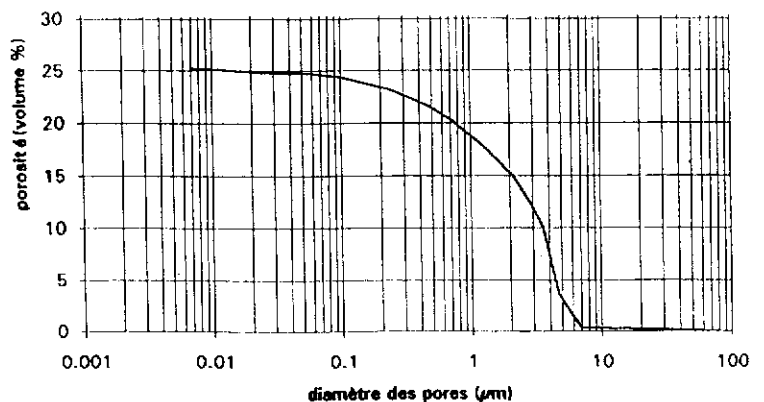
Dans cette optique, on peut retenir par produit testé :

- ◆ 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.

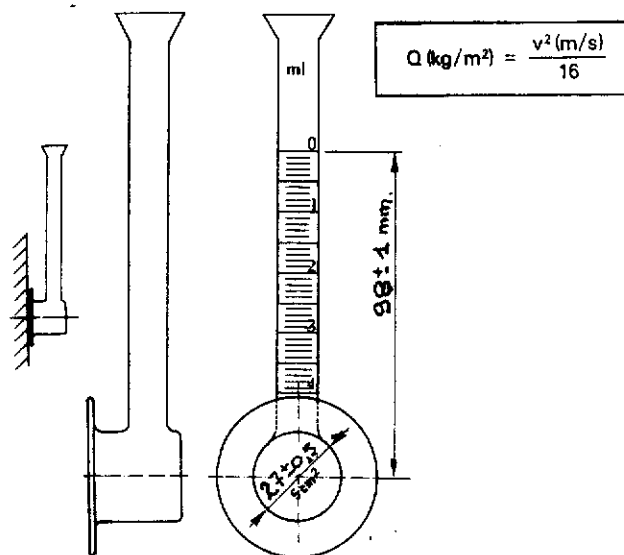
Il s'agit de la méthode définie dans les prescriptions internationales de la RILEM-25PEM et qui consiste à mesurer en fonction du temps, les quantités d'eau susceptibles de pénétrer dans les supports via la surface traitée. La pression d'eau exercée sur la surface est équivalente à 98 mm de hauteur d'eau 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 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.

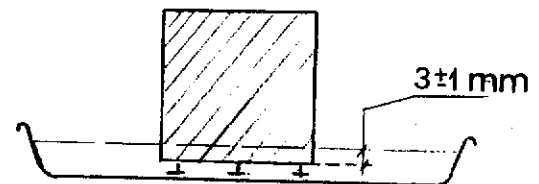
9.2. Mesure de l'absorption d'eau par capillarité.

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 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.

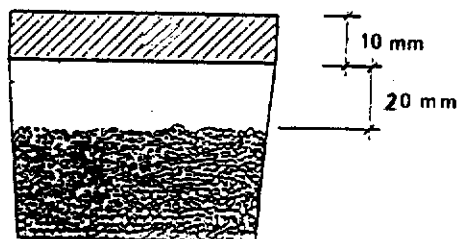
11.2.1. Mesure de la diffusion de vapeur d'eau

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.

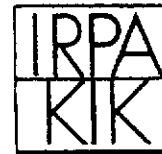
Ce groupe est constitué des représentants suivants :

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