



(86) **Date de dépôt PCT/PCT Filing Date:** 2009/07/10  
(87) **Date publication PCT/PCT Publication Date:** 2010/05/20  
(45) **Date de délivrance/Issue Date:** 2017/02/28  
(85) **Entrée phase nationale/National Entry:** 2011/05/12  
(86) **N° demande PCT/PCT Application No.:** FR 2009/000858  
(87) **N° publication PCT/PCT Publication No.:** 2010/055214  
(30) **Priorité/Priority:** 2008/11/14 (FR0806348)

(51) **Cl.Int./Int.Cl. C04B 24/38** (2006.01)  
(72) **Inventeurs/Inventors:**  
XENOPOULOS, CONSTANTINOS, FR;  
SGRO, ISABELLE, FR  
(73) **Propriétaire/Owner:**  
LAFARGE, FR  
(74) **Agent:** NORTON ROSE FULBRIGHT CANADA  
LLP/S.E.N.C.R.L., S.R.L.

(54) **Titre : UTILISATION D'AU MOINS UN ETHER DE CELLULOSE POUR REDUIRE LE RETRAIT ET/OU LA FISSURATION PLASTIQUE DANS LE BETON**  
(54) **Title: USE OF AT LEAST ONE CELLULOSE ETHER FOR REDUCING PLASTIC SHRINKAGE AND/OR PLASTIC CRACKING IN CONCRETE**

(57) **Abrégé/Abstract:**

La présente invention a pour objet l'utilisation pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique dans le béton d'au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33.



(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
20 mai 2010 (20.05.2010)

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 2010/055214 A1**

- (51) Classification internationale des brevets :  
C04B 24/38 (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR2009/000858
- (22) Date de dépôt international :  
10 juillet 2009 (10.07.2009)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :  
0806348 14 novembre 2008 (14.11.2008) FR
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :  
LAFARGE [FR/FR]; 61, rue des Belles Feuilles,  
F-75116 Paris (FR).
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) :  
XENOPOULOS, Constantinos [FR/FR]; 69, rue  
Montgolfier, F-69006 Lyon (FR). SGRO, Isabelle  
[FR/FR]; 87, rue du Bret - Pavillon 27, F-38090  
Villefontaine (FR).
- (74) Mandataire : DECOURTYE, David; Lafarge - Dept. de  
Propriété Intellectuelle (DPI), 95, rue du Montmurier -  
B.P. 9, F-38291 Saint Quentin Fallavier Cedex (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre  
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,  
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ,  
CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO,  
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,  
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,  
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,  
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,  
NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD,  
SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT,  
TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre  
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,  
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,  
ZW), eurasienn (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,  
TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,  
ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,  
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM,  
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,  
ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Déclarations en vertu de la règle 4.17 :**
- relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv))
- Publiée :**
- avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : USE OF AT LEAST ONE CELLULOSE ETHER FOR REDUCING PLASTIC SHRINKAGE AND/OR PLASTIC CRACKING IN CONCRETE

(54) Titre : UTILISATION D'AU MOINS UN ETHER DE CELLULOSE POUR REDUIRE LE RETRAIT ET/OU LA FISSURATION PLASTIQUE DANS LE BETON

(57) Abstract : The subject of the present invention is the use, in order to reduce plastic shrinkage and/or to reduce plastic cracking in concrete, of at least one cellulose ether having either a degree of substitution by methoxy radicals (MDS), or a degree of substitution (DS) between 1.17 and 2.33.

(57) Abrégé : La présente invention a pour objet l'utilisation pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique dans le béton d'au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33.



WO 2010/055214 A1

## UTILISATION D'AU MOINS UN ETHER DE CELLULOSE POUR REDUIRE LE RETRAIT ET/OU LA FISSURATION PLASTIQUE DANS LE BETON

La présente invention a pour objet l'utilisation d'au moins un éther de cellulose pour réduire ou supprimer le retrait plastique et/ou la fissuration plastique dans le béton.

5 En effet le béton peut présenter un retrait et/ou une fissuration de sa structure à différents stades de son élaboration :

- Retrait et/ou fissuration avant ou pendant la prise du béton (retrait et/ou fissuration plastique);
  - Retrait et/ou fissuration pendant le durcissement du béton (retrait et/ou
- 10 fissuration de séchage).

Il est connu d'utiliser des additifs ou des mélanges d'additifs pour améliorer les performances mécaniques des bétons ou pour améliorer la rhéologie des compositions à base de liants hydrauliques.

Par exemple, il est connu d'utiliser des produits de cure (par exemple des polymères acryliques ou vinyliques) pour réduire le retrait plastique et/ou la fissuration

15 plastique des compositions de liants hydrauliques, comme par exemple le béton. En effet, en raison d'un important retrait, le béton a tendance à développer des fissures. Ces fissures ont pour inconvénient de fragiliser le béton et d'altérer ses performances mécaniques et esthétiques. De plus, les conditions climatiques, par exemple l'humidité

20 ou la température, accélèrent la croissance de ces fissures lorsqu'elles sont présentes, et détériorent le béton. Une fonction principale des produits de cure est de réduire la fissuration plastique et de retarder sa propagation à travers la matrice du béton. Suite à la réduction ou suppression du retrait plastique et/ou de la fissuration plastique, la durée de vie du béton est améliorée.

25 Cependant, les produits de cure ne donnent pas entière satisfaction car ils nécessitent d'être pulvérisés sur la surface du béton après coulage ce qui ajoute une étape supplémentaire dans la mise en place du béton. De plus, l'efficacité du produit de cure dépend de l'homogénéité de ce produit lors de la pulvérisation, c'est-à-dire la quantité moyenne de produit par mètre carré, ce qui rend son utilisation délicate sur

30 chantier.

Afin de répondre aux exigences des industriels, il est devenu nécessaire de trouver un autre moyen pour supprimer ou réduire le retrait plastique et/ou la fissuration plastique dans le béton.

Aussi le problème que se propose de résoudre l'invention est de fournir un

35 nouveau moyen adapté pour réduire ou supprimer le retrait plastique et/ou la fissuration plastique dans le béton.

De manière inattendue, les inventeurs ont mis en évidence qu'il est possible d'utiliser au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33.

5 Dans ce but la présente invention propose l'utilisation pour réduire ou supprimer le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique dans le béton d'au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33.

10 La présente invention a également pour objet un béton comprenant de 0,05 à 0,8 % d'au moins un éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment) en tant qu'additif pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique.

15 L'invention offre des avantages déterminants, en particulier car les éthers de cellulose peuvent être introduits directement dans le béton, notamment dans le béton présent dans le camion-toupie, ou dans les constituants du béton sous forme sèche, c'est-à-dire sous forme de poudre. Ceci est très avantageux par rapport à d'autres additifs qui nécessitent d'être pulvérisés sur la surface du béton après coulage. En effet l'utilisation selon l'invention facilite la mise en œuvre du béton sur le chantier dans la mesure où l'étape de traitement après coulage est supprimée.

20 Avantageusement, le béton contenant un éther de cellulose selon l'invention est un béton fluide ou autoplaçant (ou autocompactant ou autonivelant).

L'invention offre comme autre avantage que les composés selon l'invention peuvent supprimer le retrait plastique et/ou la fissuration plastique dans des compositions de bétons.

25 Un autre avantage de la présente invention est que les éthers de cellulose utilisés selon l'invention se dispersent bien dans les compositions de bétons.

De plus, les éthers de cellulose utilisés selon l'invention ont comme avantage de présenter une performance peu sensible à la nature chimique du béton.

30 Enfin l'invention a pour avantage de pouvoir être mise en œuvre dans toutes industries, notamment l'industrie du bâtiment, l'industrie cimentière et dans l'ensemble des marchés de la construction (bâtiment, génie civil ou usine de préfabrication).

D'autres avantages et caractéristiques de l'invention apparaîtront clairement à la lecture de la description et des exemples donnés à titre purement illustratifs et non limitatifs qui vont suivre.

35 Par l'expression « liant hydraulique », on entend selon la présente invention tout composé ayant la propriété de s'hydrater en présence d'eau et dont l'hydratation permet d'obtenir un solide ayant des caractéristiques mécaniques. Le liant hydraulique selon l'invention peut en particulier être un ciment. De préférence, le liant hydraulique selon l'invention est un ciment.

Par le terme « béton », on entend un mélange de liants hydrauliques, de granulats, d'eau, éventuellement d'additifs, et éventuellement d'additions minérales comme par exemple le béton hautes performances, le béton très hautes performances, le béton autoplaçant, le béton autonivelant, le béton autocompactant, le béton fibré, le béton prêt à l'emploi ou le béton coloré. Par le terme « béton », on entend également les bétons ayant subi une opération de finition telle que le béton bouchardé, le béton désactivé ou lavé, ou le béton poli. On entend également selon cette définition le béton précontraint. Le terme « béton » comprend les mortiers, dans ce cas précis le béton comprend un mélange de liant hydraulique, de sable, d'eau et éventuellement d'additifs. Le terme « béton » selon l'invention désigne indistinctement le béton frais ou le béton durci.

Selon l'invention le terme « granulats » désigne des gravillons et / ou du sable.

Selon l'invention l'expression « additions minérales » désigne les laitiers (tels que définis dans la norme « Ciment » NF EN 197-1 paragraphe 5.2.2), les matériaux pouzzolaniques (tels que définis dans la norme « Ciment » NF EN 197-1 paragraphe 5.2.3), les cendres volantes (telles que définies dans la norme « Ciment » NF EN 197-1 paragraphe 5.2.4), les schistes (tels que définis dans la norme « Ciment » NF EN 197-1 paragraphe 5.2.5), les calcaires (tels que définis dans la norme « Ciment » NF EN 197-1 paragraphe 5.2.6) ou encore les fumées de silices (telles que définies dans la norme « Ciment » NF EN 197-1 paragraphe 5.2.7).

Par l'expression « béton fluide », on désigne un béton pouvant facilement être mis en oeuvre. L'ouvrabilité des bétons fluides est mesurée par la hauteur d'affaissement au cône d'Abrams –ou valeur de slump- (selon la norme française NF P 18-451, de décembre 1981) et on estime qu'un béton est fluide lorsque cet affaissement est d'au moins 150 mm, de préférence au moins 180 mm.

Par l'expression « béton autoplaçant » ou « béton autocompactant » ou « béton autonivelant », on entend selon la présente invention un béton fluide, mis en place par gravité, sans nécessiter de vibration. L'ouvrabilité des bétons autoplaçants (ou autocompactants ou autonivelants) est généralement mesurée à partir du "slumpflow", ou étalement, selon le mode opératoire décrit dans le document intitulé "Specification and Guidelines for Self Compacting Concrete, EFNARC, February 2002, p. 19-23"; la valeur de l'étalement est supérieure à 650 mm pour les bétons autocompactants (et en général inférieure à 800 mm).

Par le terme « prise », on entend selon la présente invention le passage à l'état solide par réaction chimique d'hydratation du liant. La prise est généralement suivi par la période de durcissement.

Par le terme « durcissement », on entend selon la présente invention l'acquisition des propriétés mécaniques d'un liant hydraulique, après la fin de la prise.

Par le terme « fissure », on entend selon la présente invention une fracture ou une rupture d'un matériau, qui aboutit ou non à la séparation dudit matériau en au moins deux morceaux distincts.

5 Par le terme « fissuration », on entend selon la présente invention l'apparition de fissures.

Par le terme « cure », on entend selon la présente invention la protection du béton contre une dessiccation trop rapide pendant sa prise et les premiers jours de son durcissement. La surface du béton peut être maintenue humide par arrosage ou par protection à l'aide de paillasons, de sacs humides, de feuilles imperméables, ou par  
10 pulvérisation d'un produit de cure après coulage du béton.

Par le terme « retrait », on entend selon l'invention la diminution de volume du béton.

Par l'expression « retrait plastique », on entend selon l'invention la diminution de volume du béton pendant la prise.

15 Par l'expression « fissuration plastique », on entend selon l'invention l'apparition de fissures pendant la prise.

Par l'expression « retrait de séchage », on entend selon l'invention la diminution de volume du béton pendant le durcissement.

20 Par l'expression « fissuration de séchage », on entend selon l'invention l'apparition de fissures pendant le durcissement.

Par le terme « plastique », on entend selon l'invention l'état du béton avant et pendant la prise.

25 Par l'expression « éléments pour le domaine de la construction », on entend selon la présente invention tout élément constitutif d'une construction comme par exemple un sol, une chape, une fondation, un mur, une cloison, un plafond, une poutre.

Par l'expression « degré de substitution (DS) », on entend selon l'invention le nombre moyen d'hydroxyle qui ont réagi par unité de glucose. La valeur du DS peut varier de 0 à 3.

30 Par l'expression « degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM) », on entend selon l'invention le nombre moyen de substituant méthoxy porté par unité de glucose. La valeur du DSM peut varier de 0 à 3.

Par l'expression « substitution molaire (SM) », on entend selon l'invention le nombre moyen de mole de monomère ayant réagi par mole d'unité glucose. La valeur du SM peut varier de 0 à 1.

35 L'invention concerne l'utilisation pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique dans le béton d'au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33.

4a

Selon un objet de l'invention, il est prévu un procédé d'utilisation pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique dans le béton d'au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM) compris de 1,17 à 2,33, soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33, caractérisée en ce que ledit au moins un éther de cellulose présente une viscosité Brookfield comprise de 100 à 15 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Selon un autre objet de l'invention, il est prévu un procédé de béton comprenant de 0,01 à 0,8 % d'au moins un éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de béton) en tant qu'additif pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique, ledit éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM) compris de 1,17 à 2,33, soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33, caractérisée en ce que ledit au moins un éther de cellulose présente une viscosité Brookfield comprise de 100 à 15 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Selon un encore un autre objet de l'invention, il est prévu un procédé de liant hydraulique comprenant de 0,01 à 0,8 % d'au moins un éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de liant hydraulique) en tant qu'additif pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique, ledit éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM) compris de 1,17 à 2,33, soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33, caractérisée en ce que ledit au moins un éther de cellulose présente une viscosité Brookfield comprise de 100 à 15 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

De façon surprenante, la réduction du retrait plastique et/ou la réduction de la fissuration plastique dans le béton est obtenue sans augmentation de la rétention d'eau dans le béton pendant sa prise et les premiers jours de son durcissement par rapport à un béton ne contenant pas l'éther de cellulose selon l'invention. Autrement dit l'éther de cellulose selon l'invention n'a pas d'effet d'améliorer la rétention d'eau bien qu'il entraîne une réduction du retrait plastique et/ou de la fissuration plastique dans le béton

De préférence l'utilisation selon l'invention comprend au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,5 à 2,0.

Préférentiellement l'utilisation selon l'invention comprend au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,7 à 1,9.

Encore plus préférentiellement soit le degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) est égal à 1,8.

De préférence au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention présente un poids moléculaire supérieur ou égal à 300 000 g/mole.

Plus préférentiellement au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention présente un poids moléculaire de 400 000 g/mole à 1 000 000 g/mole.

Encore plus préférentiellement au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention présente un poids moléculaire de 700 000 g/mole à 800 000 g/mole.

De préférence au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention présente une viscosité Brookfield comprise de 50 à 100 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Plus particulièrement l'éther de cellulose utilisé selon l'invention présente une viscosité Brookfield de 50 à 50 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Encore plus particulièrement l'éther de cellulose utilisé selon l'invention présente une viscosité Brookfield de 100 à 15 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Préférentiellement au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention présente une viscosité Brookfield comprise de 1000 à 10 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Plus préférentiellement l'éther de cellulose utilisé selon l'invention présente une viscosité Brookfield de 3500 à 4500 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Encore plus préférentiellement l'éther de cellulose utilisé selon l'invention présente une viscosité Brookfield égal à 4000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

La viscosité Brookfield est mesurée selon la norme ASTM Monograph D1347 et D 2363.

L'invention prévoit l'utilisation pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique dans le béton d'au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33, ledit éther de cellulose présentant un poids moléculaire supérieur ou égal à 300 000 g/mole et une viscosité Brookfield comprise de 50 à 100 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

De préférence au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention présente une substitution molaire (SM) comprise de 0 à 1.

Selon une variante de l'invention, au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention est la methylhydroxypropylcellulose.

Selon une autre variante de l'invention, au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention est l'hydroxyethylcellulose.

Plus particulièrement, la concentration en au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention dans le béton est comprise de 0,01 à 0,8 %, de préférence de 0,05 à 0,8 % d'éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment).

De préférence, la concentration en au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention dans le béton est comprise de 0,01 à 0,6 % d'éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment).

Plus préférentiellement, la concentration en au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention dans le béton est comprise de 0,01 à 0,5 %, de préférence de 0,05 à 0,5 % d'éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment).

Encore plus préférentiellement, la concentration en au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention dans le béton est comprise de 0,01 à 0,35 %, de préférence de 0,05 à 0,35 % d'éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment).

Selon une variante de l'invention l'éther de cellulose utilisé selon l'invention est le seul additif permettant de réduire ou supprimer le retrait plastique et/ou la fissuration plastique présent dans ledit béton.

De préférence au moins un éther de cellulose utilisé selon l'invention est la methylcellulose. L'invention concerne alors l'utilisation pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique dans le béton d'au moins une méthylcellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33.

De préférence l'utilisation selon l'invention comprend au moins une méthylcellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,5 à 2,0.

Préférentiellement l'utilisation selon l'invention comprend au moins une méthylcellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) compris de 1,7 à 1,9.

Encore plus préférentiellement, soit le degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM), soit un degré de substitution (DS) est égal à 1,8.

De préférence au moins une méthylcellulose utilisée selon l'invention présente un poids moléculaire supérieur ou égal à 300 000 g/mole.

Plus préférentiellement au moins une méthylcellulose utilisée selon l'invention présente un poids moléculaire de 400 000 g/mole à 1 000 000 g/mole.

Encore plus préférentiellement au moins une méthylcellulose utilisée selon l'invention présente un poids moléculaire de 700 000 g/mole à 800 000 g/mole.

De préférence au moins une méthylcellulose utilisée selon l'invention présente une viscosité Brookfield comprise de 50 à 100 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Plus particulièrement la méthylcellulose utilisée selon l'invention présente une viscosité Brookfield de 50 à 50 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Encore plus particulièrement la méthylcellulose utilisée selon l'invention présente une viscosité Brookfield de 100 à 15 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Préférentiellement au moins la méthylcellulose utilisée selon l'invention présente une viscosité Brookfield comprise de 1000 à 10 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Plus préférentiellement la méthylcellulose utilisée selon l'invention présente une viscosité Brookfield de 3500 à 4500 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

Encore plus préférentiellement la méthylcellulose utilisée selon l'invention présente une viscosité Brookfield égal à 4000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

La viscosité Brookfield est mesurée selon la norme ASTM Monograph D1347 et D 2363.

De préférence au moins la méthylcellulose utilisée selon l'invention présente une substitution molaire (SM) comprise de 0 à 1.

Plus particulièrement, la concentration en au moins la méthylcellulose utilisée selon l'invention dans le béton est comprise de 0,01 à 0,8 %, de préférence de 0,05 à 0,8 % d'éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment).

De préférence, la concentration en au moins la méthylcellulose utilisée selon l'invention dans le béton est comprise de 0,01 à 0,6 % d'éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment).

Plus préférentiellement, la concentration en au moins la méthylcellulose utilisée selon l'invention dans le béton est comprise de 0,01 à 0,5 %, de préférence de 0,05 à 0,5 % d'éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment).

5           Encore plus préférentiellement, la concentration en au moins la méthylcellulose utilisée selon l'invention dans le béton est comprise de 0,01 à 0,35 %, de préférence de 0,05 à 0,35 % d'éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment). Selon cette variante, l'éther de cellulose utilisé selon  
10           retrait plastique et/ou de réduire la fissuration plastique dans ledit béton, étant entendu que ledit béton peut contenir d'autres additifs ayant d'autres fonctions que celle de réduire ou supprimer le retrait plastique et/ou la fissuration plastique.

          Selon l'utilisation selon l'invention, les éthers de cellulose peuvent aussi être introduit directement dans le béton, notamment dans le béton présent dans le camion-  
15           toupie ou dans chaque constituant du béton.

          Selon l'utilisation selon l'invention, les éthers de cellulose peuvent être introduits sous forme de poudre ou sous forme sèche directement dans les divers constituants du béton quels que soient leurs états physiques (sous forme de poudre, de pâte, de liquide ou de solide).

20           Il est possible d'envisager que les éthers de cellulose utilisés selon l'invention peuvent être introduits sous forme de poudre ou sous forme sèche directement avec les granulats constituants du béton. Dans ce cas, il s'agit de préférence d'un mélange avec les granulats.

          Selon l'utilisation selon l'invention, les éthers de cellulose peuvent aussi être  
25           introduits sous forme de solution liquide ou semi-liquide dans l'eau de gâchage.

          La présente invention a également pour objet un liant hydraulique comprenant de 0,05 à 0,8 % d'au moins un éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment) en tant qu'additif pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique.

30           La présente invention a également pour objet un liant hydraulique comprenant de 0,05 à 0,8 % d'au moins un éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment) en tant qu'additif pour supprimer le retrait plastique et/ou supprimer la fissuration plastique.

8a

#### BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

La figure 1 présente une photo d'un béton réalisé sans utilisation selon l'invention d'éther de cellulose. Il s'agit d'un béton témoin.

La figure 2 présente une photo d'un béton réalisé avec utilisation selon l'invention de méthylcellulose à 0,14% en masse sèche par rapport à la masse sèche de ciment.

La figure 3 présente une photo d'un béton réalisé avec utilisation selon l'invention de methylhydroxypropylcellulose à 0,35% en masse sèche par rapport à la masse sèche de ciment.

La figure 4 présente une photo d'un béton réalisé avec utilisation selon l'invention de methylhydroxypropylcellulose à 0,20% en masse sèche par rapport à la masse sèche de ciment.

La figure 5 représente l'évolution du poids de plusieurs plaques de béton en fonction du temps.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans en limiter la portée.

## 10 EXEMPLES

### 1/ Constituants du béton :

Le tableau suivant décrit les éthers de cellulose qui ont été utilisés dans les exemples selon l'invention :

15

Fournisseur	Produit		Degré de Substitution : (DS) ou (DSM)	Substitution Molaire (SM)
	Nature chimique	Nom commercial		
Hercules	Méthyl hydroxypropyl cellulose (MHPC)	<sup>MC</sup> Culminal MHPC 50	(DSM) : entre 1,17 et 2,33	Entre 0,05 et 0,80
		<sup>MC</sup> Culminal MHPC 100		
		<sup>MC</sup> Culminal MHPC 400 R		
		<sup>MC</sup> Culminal MHPC 500 PF		
	Hydroxyethyl cellulose	<sup>MC</sup> Natrosol 250 LR	(DS) = 2,0	2.5
Dow Chemical	Méthyl hydroxypropyl cellulose (MHPC)	E4M	(DS) = 1,9	0,23
		F4M	(DS) = 2,9	0,13
	Méthyl cellulose	<sup>MC</sup> Methocel A4M	(DSM) = 1,8	--
		<sup>MC</sup> Methocel A4C	(DSM) = 1,8	--

Les ciments suivants ont été utilisés selon l'invention :

- ciment provenant de la cimenterie du Val d'Azergue ;
- ciment provenant de la cimenterie Saint Pierre La Cour.

20 Les autres constituants suivants ont été utilisés selon l'invention :

- une charge minérale calcaire (CaCO<sub>3</sub>) de densité 2,73 ;
- un sable de granulométrie 0/4 défini selon la norme EN 12620 ;
- un superplastifiant type PCP (PolycarboxylPolyox) ;
- de l'eau du robinet.

**2/ Fabrication du béton :****Quantités :**

Le tableau suivant décrit les quantités des constituants qui sont utilisées dans une formulation de béton selon l'invention.

5

Constituants	Kg / m <sup>3</sup>
Ciment Portland 52,5N	280
Sable de granulométrie 0/4	1320
Charge minérale Calcaire	380
Fibres de polypropylène	0.750
Superplastifiant	3,3 à 6,6
Ether de cellulose	compris de 0,14 à 0,98
Eau efficace	259,2
Eau totale	275

**Préparation du moule :**

Un moule en bois présentant les dimensions suivantes : L 68.8 × l 48.8 × H4 cm, est ferrillé à l'aide d'une grille métallique, non galvanisée. La grille est fixée par des fils de fer en quatre zones du moule.

10

**Fabrication d'une chape en béton :**

Les matières premières sèches (ciment, sable, calcaire, fibres de polypropylène et éther de cellulose) sont introduites dans le bol du malaxeur et malaxées pendant 2 minutes à une vitesse de malaxage de 30tr/min, et à une température ambiante d'environ 20°C. Le malaxeur utilisé est un malaxeur Rayneri de capacité maximale de 40L et présentant une rotation de type planétaire.

15

Puis l'eau totale et le superplastifiant sont introduits dans le malaxeur en 30 secondes et en maintenant une vitesse de malaxage de 30tr/min. Le malaxage est maintenu pendant encore 5 minutes et 30 secondes à une vitesse de malaxage de 30tr/min.

20

Puis la vitesse du malaxeur est augmentée pour atteindre 70tr/min et le malaxage est maintenu pendant encore 2 minutes.

**3/ Test de fissuration et de retrait du béton :**

On coule une plaque de béton de dimensions suivantes 63 X 49 X 40 cm. On met la plaque dans un dispositif d'évaporation accélérée pendant 24 heures à une température d'environ 35°C (température mesurée à la surface du béton) sous ventilation avec un débit d'air de 2,6 m/s.

25

La longueur des fissures est mesurée et estimée en mètre linéaire de fissures par m<sup>2</sup> de surface de béton.

**4/ Résultats des test de fissuration et de retrait du béton :**

Béton formulé avec différent éthers de cellulose	Dosage (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment)	Fissuration plastique (mètre linéaire de fissures / m <sup>2</sup> de surface de béton)
Témoin (sans ether de cellulose)	0	5.12-4.47
<sup>MC</sup> Culminal MHPC 50	0.30	0.32
<sup>MC</sup> Culminal MHPC 100	0.20	0.30
<sup>MC</sup> Culminal MHPC 400 R	0.05	0.88
<sup>MC</sup> Culminal MHPC 500 PF	0.35	0
<sup>MC</sup> Natrosol 250 LR	0.35	0-0.42
<sup>MC</sup> Methocel A4M	0.14	0
<sup>MC</sup> Methocel A4C	0.14	1.27

**5 5/ Test de rétention d'eau dans le béton :**

La demanderesse a mis en évidence que, de façon surprenante, la réduction et/ou la suppression de la fissuration plastique dans le béton par utilisation d'un éther de cellulose selon l'invention dans le béton n'est pas due à une meilleure rétention d'eau dans le béton au moment de la prise. En effet, la demanderesse a mis en évidence qu'avec les éthers de cellulose selon l'invention, on n'observe pas d'augmentation de la rétention d'eau dans le béton au moment de la prise et dans les premières jours suivants la prise alors que l'on observe une réduction, voire une suppression de la fissuration plastique. Ceci est mis en évidence avec le test suivant : pendant la phase d'évaporation accélérée décrite précédemment, on mesure le poids de plaques de béton en fonction du temps. La perte de poids correspond à l'eau évaporée.

Béton formulé avec différent éthers de cellulose	Dosage (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de ciment)	Viscosité (mPa.s)	Courbes d'évolution de la réduction de poids par rapport au poids initial
Témoin 1 (sans éther de cellulose)	0	--	C <sub>0</sub>
Témoin 2 (sans éther de cellulose et avec produit de cure)	0	--	C <sub>1</sub>
A4M	0,14	400	C <sub>2</sub>
A4M	0,14	4000	C <sub>3</sub>
A4M (prédilué)	0,14	4000	C <sub>4</sub>
E4M	0,14	4000	C <sub>5</sub>
E4M (prédilué)	0,14	4000	C <sub>6</sub>
F4M	0,14	4000	C <sub>7</sub>
<sup>MC</sup> Natrosol 250 LR	0,14	250	C <sub>8</sub>

Le béton du témoin 2 est réalisé sans éther de cellulose. Toutefois, le produit de cure commercialisé par la société Chryso sous l'appellation Chrysocure<sup>MC</sup> est pulvérisé sur la plaque de béton avec une quantité de 150 g/m<sup>2</sup> après la prise.

Les autres bétons sont réalisés en introduisant, comme cela a été décrit précédemment, l'éther de cellulose sous la forme de poudre sauf pour les exemples pour lesquels il est indiqué que l'éther de cellulose est dilué. Dans ce cas, l'éther de cellulose est dilué au préalable dans une partie de l'eau de gâchage, la solution obtenue étant introduite avec le reste de l'eau de gâchage.

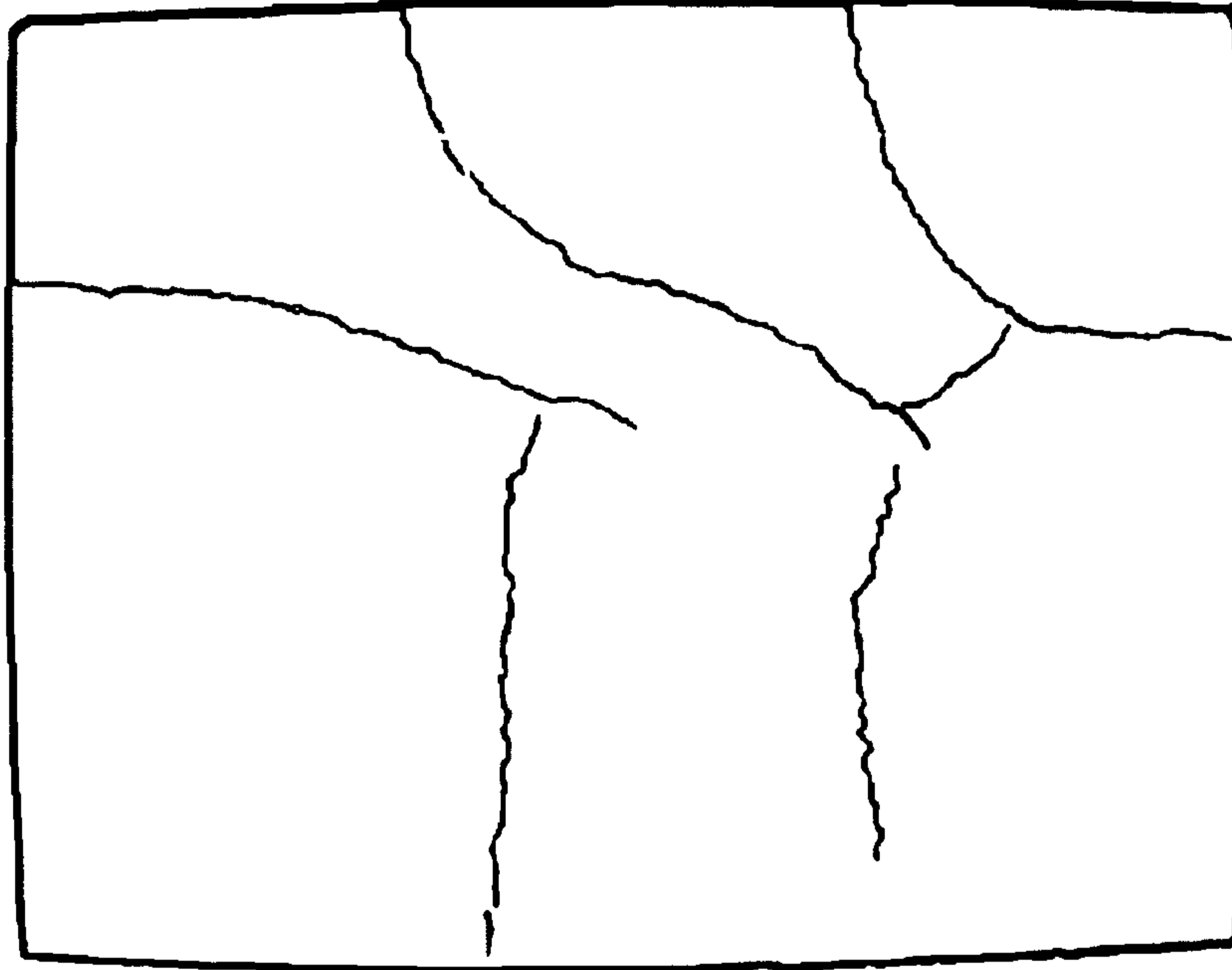
En figure 5, la phase d'évaporation accélérée débute au bout de 5 heures après la réalisation des bétons. Comme cela apparaît sur la figure 5, on observe une amélioration de la rétention d'eau par rapport au témoin 1, qui correspond à un béton ne contenant pas d'éther de cellulose, seulement pour le témoin 2 qui correspond à un béton ne contenant pas d'éther de cellulose mais qui est recouvert d'un produit de cure. Pour tous les exemples de béton contenant de l'éther de cellulose, on observe une perte de poids, c'est-à-dire une évaporation d'eau, similaire à celle obtenue pour le témoin 1 qui correspond à un béton ne contenant pas d'éther de cellulose. L'utilisation d'éthers de cellulose selon l'invention n'entraîne donc pas une augmentation de la rétention d'eau dans le béton. De façon surprenante, les éthers de cellulose selon l'invention procurent néanmoins une réduction et/ou une suppression de la fissuration plastique.

## REVENDEICATIONS :

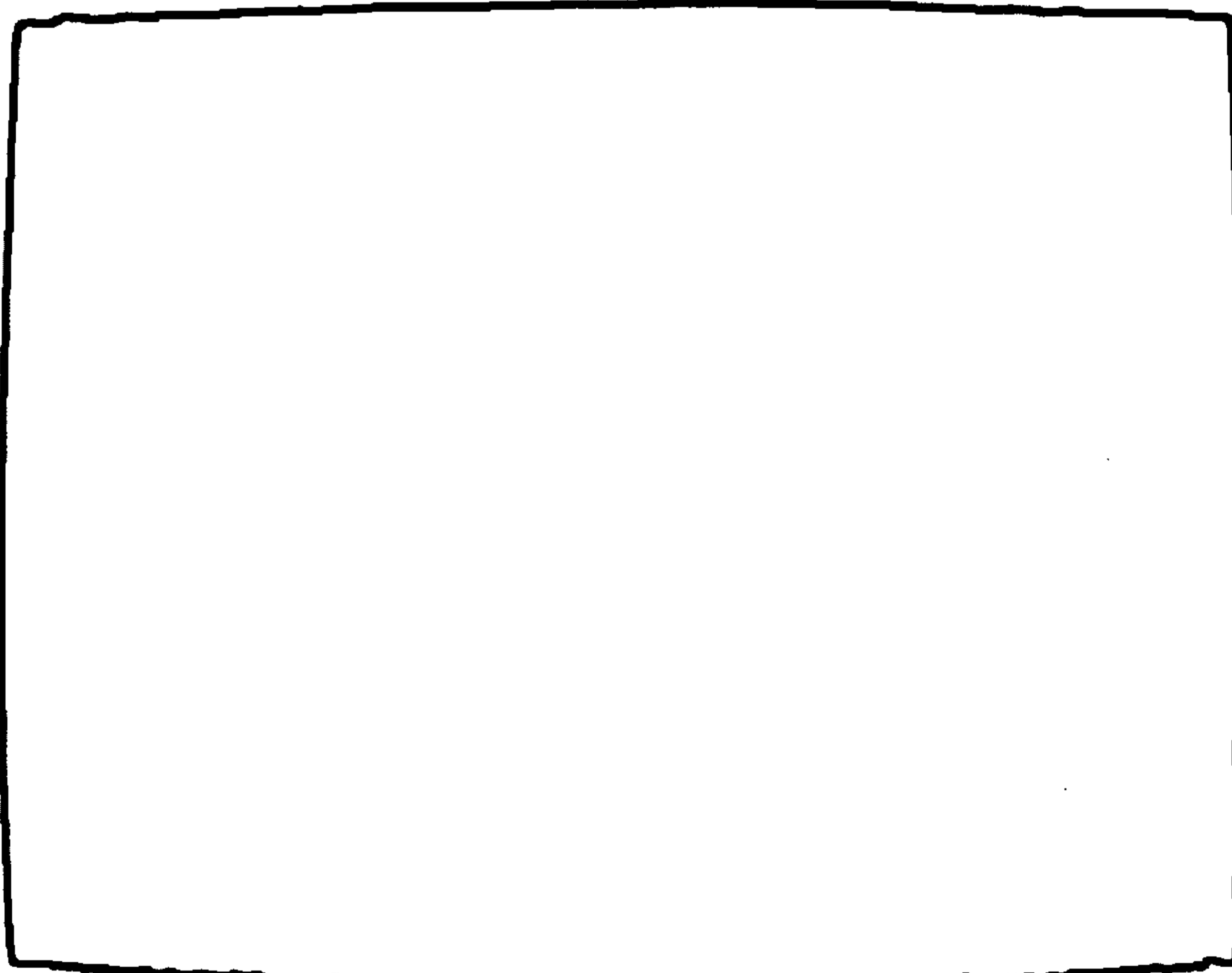
1. Utilisation pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique dans le béton d'au moins un éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM) compris de 1,17 à 2,33, soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33, caractérisée en ce que ledit au moins un éther de cellulose présente une viscosité Brookfield comprise de 100 à 15 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.
2. Utilisation selon la revendication 1, caractérisée en ce que ledit au moins un éther de cellulose présente un poids moléculaire supérieur ou égal à 300 000 g/mole.
3. Utilisation selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que ledit au moins un éther de cellulose présente une substitution molaire compris de 0 à 1.
4. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que ledit au moins un éther de cellulose est la méthylcellulose.
5. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que la concentration en au moins un éther de cellulose dans le béton est comprise de 0,01 à 0,8 % d'éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de béton).
6. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'éther de cellulose est le seul additif permettant de réduire le retrait plastique et/ou de réduire la fissuration plastique présent dans ledit béton.
7. Béton comprenant de 0,01 à 0,8 % d'au moins un éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de béton) en tant qu'additif pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique, ledit éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM) compris de 1,17 à 2,33, soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33, caractérisée en ce que ledit au moins un éther de cellulose présente une viscosité Brookfield comprise de 100 à 15 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.
8. Béton selon la revendication 7, dans lequel le béton est un béton fluide ou autoplaçant.

9. Liant hydraulique comprenant de 0,01 à 0,8 % d'au moins un éther de cellulose (% en masse sèche d'éther de cellulose par rapport à la masse sèche de liant hydraulique) en tant qu'additif pour réduire le retrait plastique et/ou réduire la fissuration plastique, ledit éther de cellulose présentant soit un degré de substitution en radicaux méthoxy (DSM) compris de 1,17 à 2,33, soit un degré de substitution (DS) compris de 1,17 à 2,33, caractérisée en ce que ledit au moins un éther de cellulose présente une viscosité Brookfield comprise de 100 à 15 000 mPa.s mesurée pour une solution aqueuse à 2%.

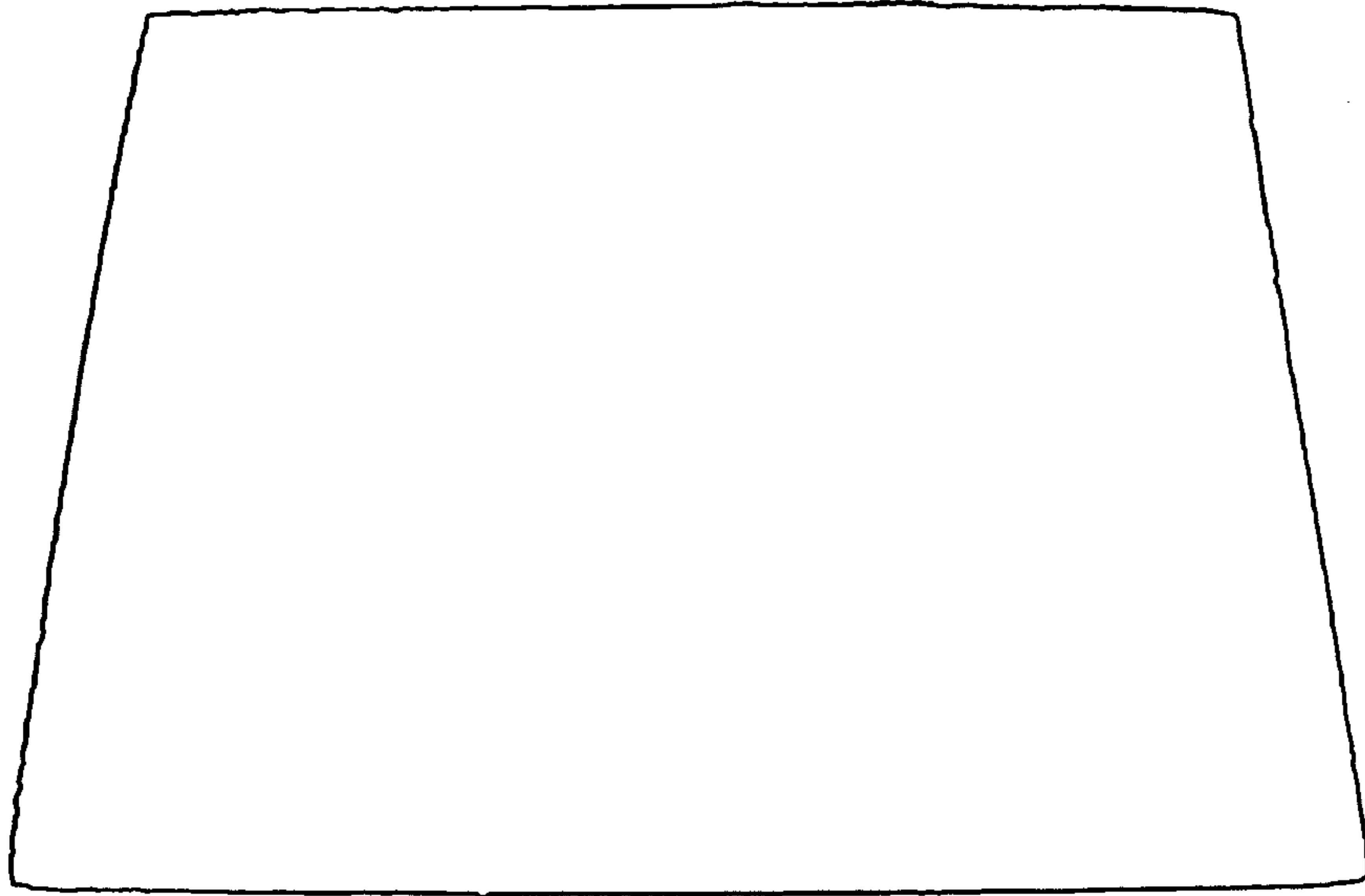
**Figure 1**



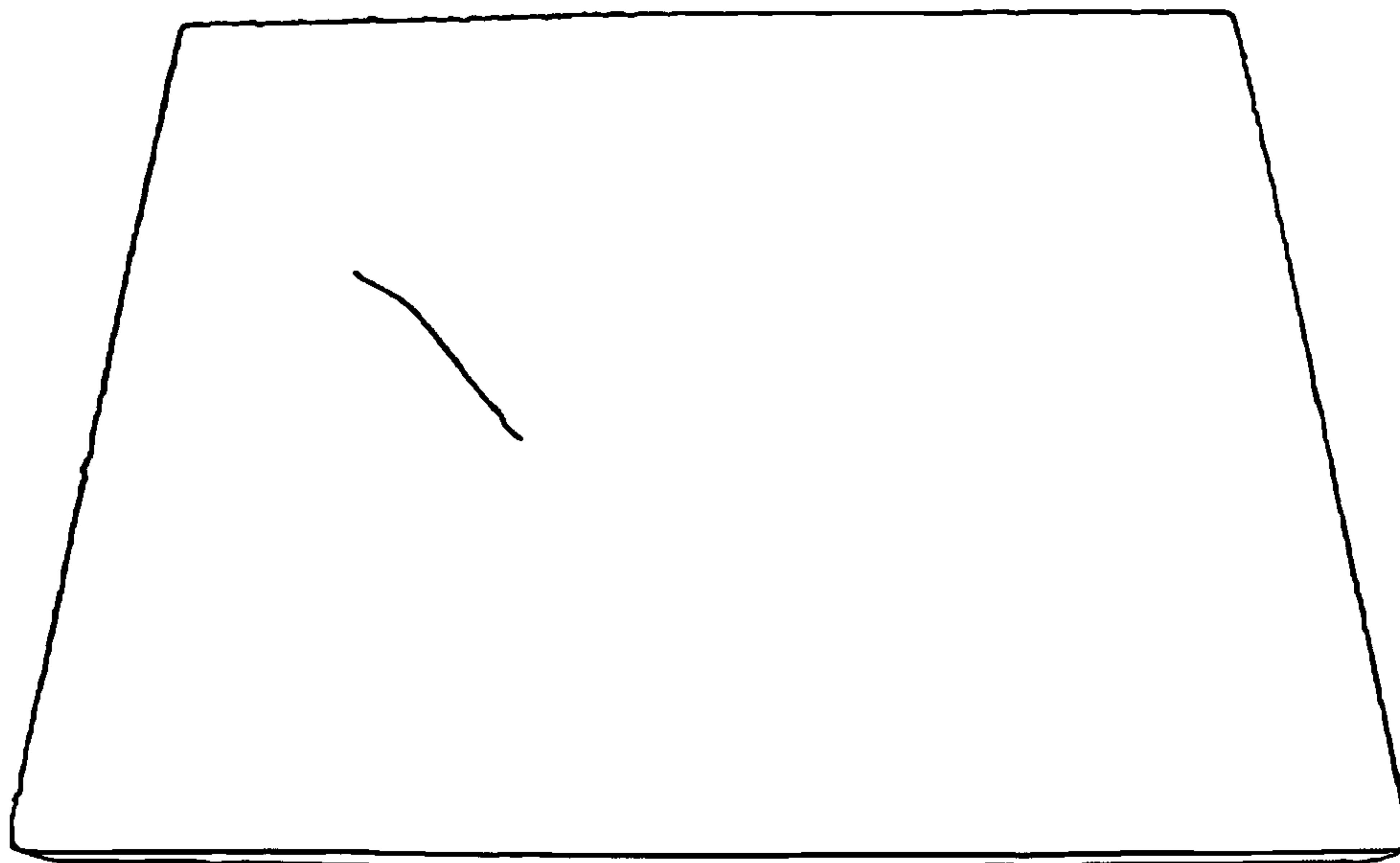
**Figure 2**



**Figure 3**



**Figure 4**



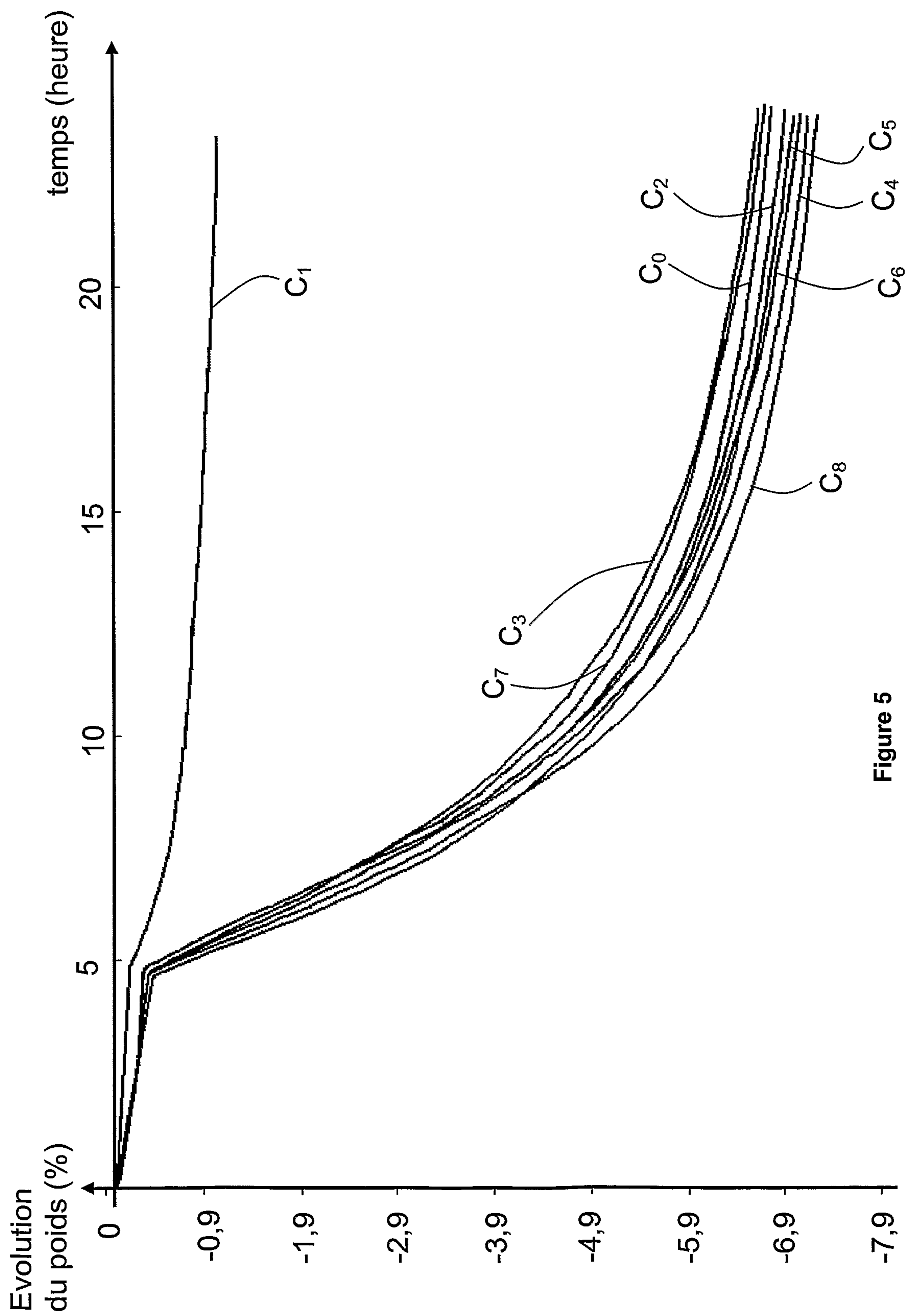


Figure 5