

CHAPITRE 2

ETUDE DE LA PATE CIMENTAIRE

2.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous essayerons d'arriver à la formulation d'une pâte cimentaire autoplaçante qui offrira un comportement optimal vis-à-vis de la stabilité et de l'écoulement en utilisant les matériaux de notre région avec les pourcentages adéquats de chaque constituant.

Nous mettrons en œuvre un programme expérimental où nous étudierons le rôle de chaque paramètre sur le comportement de la pâte cimentaire et nous délimiterons par la suite un domaine expérimental qui offrira un ensemble de mélanges homogènes et stables, aux propriétés d'écoulement mesurables.

Cependant, pour avoir le mélange de constituants possédant les réponses optimales, nous élaborerons un plan de mélanges qui permet d'avoir un nombre important d'informations (rôle des constituants, interactivité) avec un minimum d'essais.

2.2. Matériaux utilisés

2.2.1. Le ciment

Le ciment utilisé est de type CEM II/A 42.5 (85 % de Clinker ; 3 % de Gypse ; 10 % de Pouzzolane et 2 % de Calcaire sableux). Il provient de la cimenterie de Béni-Saf (Wilaya d'Aïn Temouchent). Ses propriétés physiques et chimiques sont résumées dans les tableaux 2.1 et 2.2.

Tableau 2.1 : Propriétés chimiques du ciment [TAL, 09].

	Analyse chimique	Fluorescence X (%)
SiO ₂ (%)	27,97	25,64
Al ₂ O ₃ (%)	5,43	5,64
Fe ₂ O ₃ (%)	3,05	3,06
CaO (%)	56,37	58,01
MgO (%)	0,71	0,72
SO ₃ (%)	-	1,73
Na ₂ O (%)	0,30	0,71
K ₂ O (%)	0,43	0,51
CaO libre (%)	0,75	-
Résidus insolubles R.I.	9,11	-
Perte au feu	3,11	-
C ₃ S (%)	59,98	-
C ₂ S (%)	2,15	-
C ₃ A (%)	9,87	-
C ₄ AF (%)	9,31	-
C \bar{S} (%)	2,94	-

C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF sont déterminés à partir des équations de Bogue avec des corrections car le ciment utilisé contient de la chaux libre CaO_{libre} et des impuretés (résidus insolubles R.I.) [BUF, 07]:

$$C_3S = 4,071CaO - 7,6024 SiO_2 - 1,429 Fe_2O_3 - 6,7187 Al_2O_3$$

$$C_2S = -3,071CaO + 8,6024 SiO_2 + 1,0785 Fe_2O_3 + 5,068 Al_2O_3$$

$$C_2A = -1,692 Fe_2O_3 + 2,650 Al_2O_3$$

$$C_4AF = 3,0432 Fe_2O_3$$

$$C\bar{S} = 1,7 SO_3$$

Les corrections sont les suivantes :

$$CaO = CaO_{\text{tot}} - CaO_{\text{libre}} - 0,7SO_3$$

$$SiO_2 = SiO_2 - R.I.$$

Tableau 2.2 : Propriétés physico – mécaniques du ciment [TAL, 09].

Surface spécifique Blaine (cm^2/g)	3598
Masse volumique apparente (kg/m^3)	0,98
Masse volumique absolue (kg/m^3)	3,071
Consistance (%)	25,30
Expansion à chaud (mm)	1,00
Début de prise (mn)	217
Fin de prise (mn)	280
Refus sur un tamis de $100\mu m$ (%)	1,00
Résistance à la flexion	
02 jours (bar)	26,91
07 jours (bar)	63,18
28 jours (bar)	78,39
Résistance à la compression	
02 jours (bar)	123,15
07 jours (bar)	343,75
28 jours (bar)	453,12

Au vue de ces résultats, le ciment est conforme aux exigences de sa classe. Ce type de ciment, peut être utilisable pour divers types de travaux (béton armé fortement sollicité, béton précontraint, etc...).

2.2.2. Les fillers calcaires

Les fillers calcaires proviennent de la carrière d'El Maleh situé à 12 km d'Aïn Temouchent. La roche est de nature calcaire dolomitique. Sa composition chimique est résumée dans le tableau 2.3:

Tableau 2.3 : Propriétés chimiques des fillers calcaires [TAL, 09].

Eléments	SiO ₂	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	CO ₃	Anhydrite carbonatée	Eau de combinaison	Perte au feu
Min %	4,73	33,81	18,59	0,49	93,64	41,2	0,49	41,69
Max %	5,64	34,09	20,06	0,54	96,97	42,67	0,56	43,23
Moy %	5,18	33,95	19,32	0,51	95,30	41,93	0,52	42,46

Les fillers calcaires présentent une densité absolue = 2,72 et une surface massique égale à 2900 cm²/g.

2.2.3. Adjuvant

L'adjuvant utilisé est un Plastifiant/Réducteur d'eau de nouvelle génération à base de polycarboxylates modifiés, qui se présente sous la forme d'un liquide brun. Il est désigné sous l'appellation « PLASTOCRETE TECHNO 7 ». Ses propriétés physiques se résument dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4 : Caractéristiques de l'adjuvant « PLASTOCRETE TECHNO 7 ».

Etat	Liquide
Couleur	Brune
Densité à 20° C	1,12 ± 0,03
pH à 20° C	4,7 ± 1,0

2.2.4. Eau

L'eau utilisée est celui de la commune de Chetouane. Ses caractéristiques chimiques sont résumées dans le tableau 2.5 (Boukli Hacène M.A., 2010).

Tableau 2.5 : Caractéristiques chimiques de l'eau [BOU, 10].

Ca	Mg	Na	K	Cl	SO ₄	CO ₃	NO ₃	PH	T (°C)
74.4	49	40	5	95	170	300	42.3	7.5	17.1

2.3. Méthode de préparation de la pâte de ciment

Le rôle de l'expérimentateur ainsi que la démarche expérimentale de l'élaboration de la pâte de ciment sont deux éléments importants, compte tenu de la sensibilité du comportement de cette dernière. La pâte de ciment est confectionnée à partir des quatre composantes (ciment, filler, plastifiant, eau) selon la méthode décrite dans le tableau 2.6.

Tableau 2.6 : Procédure de malaxage des pâtes de ciment [AIT, 01].

Instant	Etape	Durée du malaxage
-	Ajout E et P	
T_0	Ajout du C + F	150 s
$T_0 + 150$	Arrêt et raclage du bol	15 s
$T_0 + 165$	Reprise du malaxage	60 s
$T_0 + 225$	Fin du malaxage	

2.4. Matériels et méthode d'essais

2.4.1. Essais d'étalement au mini-cône

Un test d'ouvrabilité a été mis en œuvre par le programme LMDC, il s'agit du mini-cône. Ce matériel (figure 2.1) dispose des dimensions proportionnelles à celles du cône d'Abrams [KAN, 80]. Il permet de mesurer le diamètre d'étalement d'un volume de pâte de ciment sur une plaque horizontale. Cet essai est facile à mettre en œuvre, il est effectué directement après la fin du malaxage de la pâte de ciment. Le volume de pâte nécessaire pour cet essai est inférieur à 40 ml.

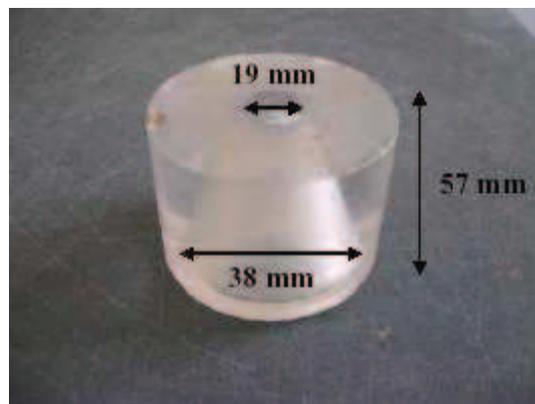


Figure 2.1 : mini-cône pour la mesure d'étalement.

2.4.2. Essai au cône de Marsh

Le principe de l'essai consiste à enregistrer le temps requis pour faire couler un volume donné de pâte à travers une buse. Le volume initial de la pâte, versé dans le cône est de 150 ml (NF P 18-358) (figure 2.2). Le temps d'écoulement est lié à la fluidité de la pâte. Plus le temps d'écoulement est long, plus la fluidité est inférieure.

Les travaux de (Sonebi et col., 2008) [SON, 08] de (Toutou et col., 2005) [TOU, 05] et de (Zerbino et col., 2009) [ZER, 09] ont montré une relation entre le temps d'écoulement mesuré au cône de Marsh et la viscosité selon la relation suivante :

$$\mu = \frac{\ln\left(\frac{T_V}{2.95}\right)}{0.013} \quad [2.1]$$

Avec : μ : la viscosité.

T_V : le temps d'écoulement mesuré au cône de Marsh.

D'autres études ont montré que le cône de Marsh pourrait être utilisé comme un viscosimètre [LER, 05] selon la relation suivante :

$$Q = \frac{\pi}{8\mu} \left(\frac{\partial p}{\partial z} + \rho g \right) r^4 \quad [2.2]$$

Avec : Q : le débit de sortie.

P : la pression

μ : la viscosité.

r : rayon de l'orifice du cône.

ρ : Masse volumique du coulis.

g : Force de gravité



Figure 2.2 : Essai du cône de Marsh.

2.5. Programme expérimental

Pour les différentes confections, une large gamme de valeurs des constituants a été considérée. Le liant (L) sera constitué de ciment et de filler (C+F) avec une substitution du ciment qui va jusqu'à 40%. Le dosage du plastifiant (P) est compris dans la plage du dosage recommandé par le fabricant (de 0,3 % à 1,0 %). La pâte de ciment est élaborée en passant successivement du mélange liquide composé de deux constituants (E+P) au mélange complet à quatre constituants (E+P+C+F) comme présenté dans la figure 2.3.

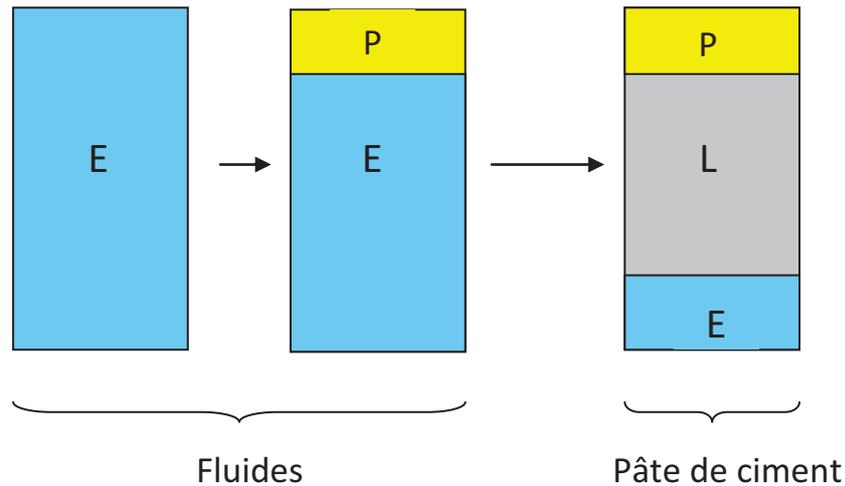


Figure 2.3 : Confection de la pâte cimentaire.

Les compositions des différentes pâtes de ciment sont présentées dans le tableau 2.7.

Tableau 2.7 : Compositions des pâtes confectionnées.

Ciment (%)	90	80	70	60
Filler (%)	10	20	30	40
E/L	0,30 – 0,35 – 0,40 – 0,43 – 0,48			
Plastifiant (%)	0,3 – 0,4 – 0,45 – 0,5 – 0,6 – 0,7			

A partir des essais effectués au laboratoire, nous avons remarqué que le plastifiant avait une incidence sur les caractéristiques rhéologiques de la pâte surtout lorsque son dosage variait entre 0,40% et 0,50%. C'est pour cela que nous jugé utile d'étudier le comportement de la pâte avec un dosage de plastifiant égal à 0,45%. Cependant, nous nous sommes limités à un dosage de 0,7%, au delà duquel, le plastifiant avait un effet négatif sur le comportement de la pâte vis-à-vis de l'étalement, de l'écoulement et de la stabilité.

Concernant le rapport E/L, nous avons progressé par un pas de 0,05, tout en commençant par une valeur du rapport égal à 0,30, en vue de connaître l'aspect de la pâte jusqu'à arriver à un dosage égale à 0,48.

2.5.1. Consistance de la pâte de ciment

C'est par l'aspect visuel et l'analyse des résultats des essais qu'on peut définir trois types de consistance de pâte de ciment qui sont : fluide, plastique et ferme.

- **Un aspect fluide** est noté lorsque le mélange présente les caractéristiques d'un corps fluide, homogène et qui se remet en place très vite après le passage de la truelle.

- **Un aspect plastique** est noté lorsque le mélange présente les caractéristiques d'un corps moins fluide, homogène et qui se remet en place lentement après le passage de la truelle.
- **Un aspect ferme** est noté lorsque le mélange ne s'écoule pas d'une façon continue (mais d'un seul bloc). Le passage de la truelle est difficile à cause de la forte consistance de ce type de mélange.

2.5.2. Résultats et discussion

Afin de comprendre le rôle de chaque constituant sur le comportement du mélange et sur ses propriétés rhéologiques, il été nécessaire de faire varier les principaux constituants de la pâte dans les fourchettes préconisées (voir tableau 2.7). Les résultats concernant les aspects visuels des différents mélanges sont consignés dans le tableau de l'annexe 1.

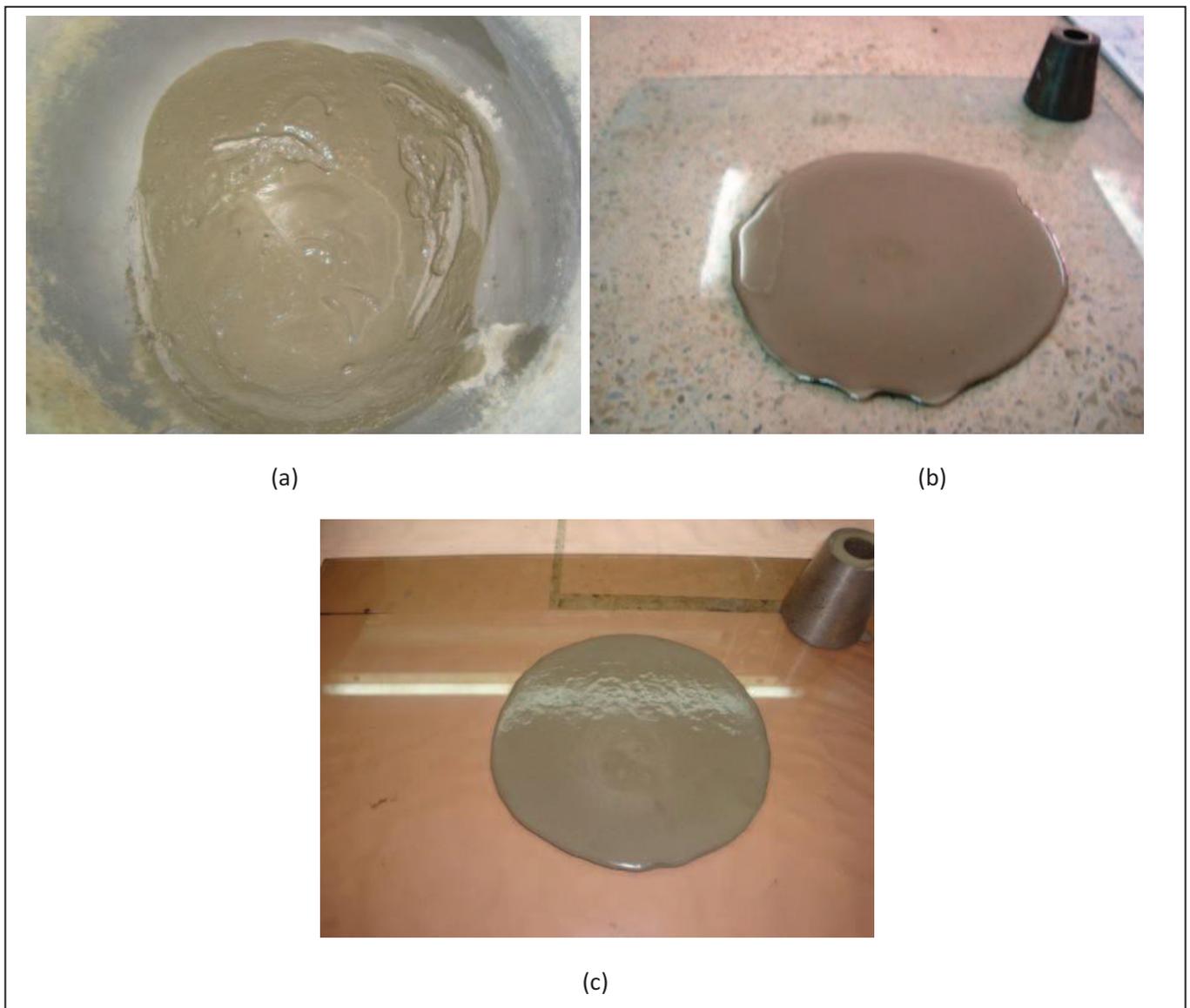


Figure 2.4 : Aspects visuels des pâtes confectionnées.

Les aspects visuels ont fait ressortir l'influence du dosage en fillers sur les deux réponses : étalement et écoulement. A dosage constant en plastifiant P et en eau E, nous avons constaté une augmentation du diamètre d'étalement et une diminution de la viscosité suivant une augmentation du dosage en filler, ce qui a montré que le filler calcaire utilisé a une faible demande en plastifiant (surface spécifique plus faible que celle du ciment substitué).

Parmi les différentes compositions des pâtes de ciment formulées, il y a celles qui ont présentées un aspect plastique où l'étalement au mini-cône et l'écoulement au cône de Marsh n'ont pas pu être mesurés, comme par exemple la pâte de ciment de rapport $E/L=0,35$, un taux de filler substitué de 10% et un dosage en plastifiant $P = 0,5\%$ (figure 2.4a).

En revanche, la pâte de ciment composée avec un rapport $E/L= 0,43$, un taux de filler substitué de 40% et un dosage en $P= 0,7\%$ s'écoulait ; mais une ségrégation était visible sur le pourtour de la galette (figure 2.4b).

Les pâtes homogènes et parfaitement formées, sont retenues pour les mesures d'étalement et d'écoulement au cône de Marsh, comme le cas du mélange où la teneur en filler était égale à 30%, E/L égal à 0,43 et le pourcentage du plastifiant égal à 0,5% (figure 2.4.c).

Ainsi, un taux de 0,3% du plastifiant utilisé n'avait pas d'effet sur le comportement du mélange, alors qu'un taux supérieur à 0,6% causait des problèmes de ségrégation. Nous avons aussi noté qu'un rapport E/L minimum de 0,43 était nécessaire pour obtenir des pâtes autoplaçantes.

A cet effet, un dosage massique du plastifiant par rapport à la masse du liant variant de 0,4 à 0,6% et un rapport E/L variant de 0,43 à 0,48 étaient nécessaires pour obtenir des pâtes qui répondaient aux critères recherchés vis à vis de la fluidité et de la stabilité. Le domaine expérimental de notre étude est la zone hachurée représentée sur la figure 2.5.

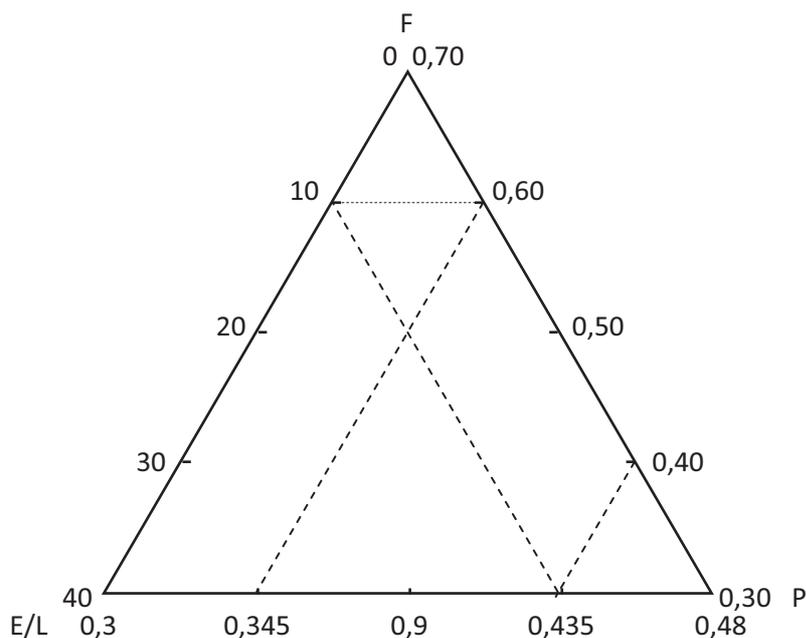


Figure 2.5 : Domaine expérimental.

Cependant, cette démarche expérimentale n'offre pas la possibilité de juger de l'importance d'un paramètre par rapport à un autre, ou plutôt de classer les paramètres par niveau d'influence sur une réponse donnée. Ainsi, nous avons besoin d'une stratégie expérimentale, capable de donner le maximum d'informations, en utilisant un nombre réaliste d'expériences. La solution que nous avons adoptée, est de définir un plan de mélanges, c'est à dire de déterminer, grâce à la méthodologie de la recherche expérimentale, une liste d'expériences dont la réalisation permet de mettre en évidence le rôle de tous les constituants, et de détecter des interactivités [BAR, 05].

Nous prendrons en compte un autre paramètre qui est la concentration volumique en solides (Γ) des pâtes de ciment. Elle prend en considération les suspensions solides issues du ciment, du filler et du plastifiant.

2.6. Analyse par plan de mélanges

Les expériences de mélange représentent une classe particulière d'expériences de surface de réponse dans lesquelles le produit analysé est constitué de plusieurs composantes ou éléments. Les plans de telles expériences s'avèrent utiles car, pour diverses industries, les activités de conception et de développement nécessitent des formulations ou des mélanges. Dans de tels cas, la réponse est fonction des proportions des différents ingrédients constitutifs du mélange.

Dans les plans de mélanges, la réponse (la qualité ou performance du produit mesurée selon certains critères) varie en fonction de la quantité de chaque facteur (variable d'entrée). Les quantités des composantes, mesurées en volume dans notre cas, s'additionnent pour avoir l'unité, ce qui veut dire qu'ils ne sont pas indépendants les uns des autres.

Le plan de mélanges nécessite d'abord la détermination d'un domaine expérimental, où l'on définit à chacun des paramètres une plage de variation, tout en s'assurant que toute combinaison possible des dosages appartenant chacun à sa plage de variation, aboutira à un mélange dont les propriétés rhéologiques sont mesurables.

2.6.1. Application des plans de mélanges pour la formulation de la pâte de ciment

Le programme expérimental a permis de délimiter un domaine expérimental où les mélanges sans réponses sont évités. Notre domaine expérimental se présente comme suit :

$$\left\{ \begin{array}{l} 10 \% \leq F \leq 40 \% \\ 0,4 \% \leq P \leq 0,6 \% \\ 0,43 \leq \frac{E}{L} \leq 0,48 \\ 0,41 \leq \Gamma \leq 0,43 \end{array} \right. \quad [2.3]$$

Pour le traitement d'un plan de mélanges, nous transformons les contraintes relationnelles que nous avons définies, en équations arithmétiques. C, F, P et E sont respectivement les proportions volumiques des constituants : ciment, filler, plastifiant et eau.

$$\begin{aligned}
 C + F + P + E &= 1 \\
 -0,1129 C + F &\geq 0 \\
 0,4516 C - F &\geq 0 \\
 -0,01096 C - 0,0097 F + P &\geq 0 \quad [2.4] \\
 0,0164 C + 0,0145 F - P &\geq 0 \\
 0,59 C + 0,59 F - 0,11 P - 0,41 E &\geq 0 \\
 -0,57 C - 0,57 F + 0,13 P + 0,43 E &\geq 0
 \end{aligned}$$

Nous traitons l'exemple de l'inéquation 4 du système pour illustrer l'obtention de ces inéquations.

$$\text{Plastifiant} \geq 0,4 \% \Leftrightarrow \frac{M_P}{M_C + M_F} \geq 0,004$$

$$\rightarrow M_P - 0,004(M_C + M_F) \geq 0$$

$$\rightarrow M_{VP} \cdot P - 0,004(M_{VC} \cdot C + M_{VF} \cdot F) \geq 0$$

On remplace maintenant les masses volumiques par leurs valeurs respectives :

$$\rightarrow 1120 \cdot P - 0,004(3071 \cdot C + 2720 \cdot F) \geq 0$$

$$\rightarrow 1120 \cdot P - 12,284 C - 10,88 F \geq 0$$

En divisant sur 1120 on obtient l'inéquation 4 :

$$\rightarrow -0,01096 C - 0,0097 F + P \geq 0$$

Le reste des inéquations du système sont obtenues en suivant le même raisonnement.

La résolution de ce système (équation [2.4]) engendre des solutions illustrées sous forme de contraintes inférieures et contraintes supérieures qui délimite le domaine expérimental.

Tableau 2.8: Contraintes implicites des facteurs.

Constituant	Notation	Contrainte inférieure implicite	Contrainte supérieure implicite
Ciment	C	0,2811	0,3851
Filler	F	0,041	0,1346
Plastifiant	P	0,0043	0,007
Eau	E	0,5653	0,5869

Pour un plan de mélanges à 4 facteurs, le domaine d'étude constitué est un espace à 4 dimensions. Les points candidats pour le calcul du modèle et la détermination de la matrice d'expériences forment ce qu'on appelle un hyper polyèdre. Ces points sont situés sur les sommets, aux milieux des arêtes, aux milieux des faces et au centre de gravité [MEB, 10].

Compte tenu de la complexité de la résolution du problème, une résolution classique serait quasiment impossible, on utilisera le logiciel de traitement de plan de mélanges "STATISTICA", développé par la société (StatSoft) pour le résoudre.

Le Tableau 2.9 donne les informations nécessaires à la construction de la matrice d'expériences, générées par le logiciel de traitement.

Tableau 2.9 : Points de construction de la matrice d'expériences.

Points	Nombre de points
de sommets	8
d'arêtes	12
Nombre de faces de dimension 2	6
Centre de Gravité	1
Points tests internes	11
Total	38

La matrice d'expérience générée par le logiciel est présentée dans le tableau 2.10.

Tableau 2.10 : Matrice d'expériences de l'étude.

N° Mélange	C (Ciment)		F (Filler)		P (Plastifiant)		E (Eau)	
	Proportions volumiques	Proportions massiques (g)						
1	0,38510	1,18264	0,04100	0,1115	0,00430	0,0048	0,56960	0,56960
2	0,28110	0,86326	0,13460	0,3661	0,00430	0,0048	0,58000	0,58000
3	0,38510	1,18264	0,04100	0,1115	0,00700	0,0078	0,56690	0,56690
4	0,28110	0,86326	0,13460	0,3661	0,00700	0,0078	0,57730	0,57730
5	0,38510	1,18264	0,04530	0,1232	0,00430	0,0048	0,56530	0,56530
6	0,29580	0,90840	0,13460	0,3661	0,00430	0,0048	0,56530	0,56530
7	0,38510	1,18264	0,04260	0,1159	0,00700	0,0078	0,56530	0,56530
8	0,29310	0,90011	0,13460	0,3661	0,00700	0,0078	0,56530	0,56530
9	0,36780	1,12951	0,04100	0,1115	0,00430	0,0048	0,58690	0,58690
10	0,28110	0,86326	0,12770	0,3473	0,00430	0,0048	0,58690	0,58690
11	0,36510	1,12122	0,04100	0,1115	0,00700	0,0078	0,58690	0,58690
12	0,28110	0,86326	0,12500	0,3400	0,00700	0,0078	0,58690	0,58690
13	0,28110	0,86326	0,13460	0,3661	0,00565	0,0063	0,57865	0,57865
14	0,28110	0,86326	0,13115	0,3567	0,00430	0,0048	0,58345	0,58345
15	0,28110	0,86326	0,12980	0,3531	0,00700	0,0078	0,58210	0,58210
16	0,28110	0,86326	0,12635	0,3437	0,00565	0,0063	0,58690	0,58690
17	0,38510	1,18264	0,04100	0,1115	0,00565	0,0063	0,56825	0,56825
18	0,38510	1,18264	0,04315	0,1174	0,00430	0,0048	0,56745	0,56745

19	0,38510	1,18264	0,04180	0,1137	0,00700	0,0078	0,56610	0,56610
20	0,38510	1,18264	0,04395	0,1195	0,00565	0,0063	0,56530	0,56530
21	0,37645	1,15608	0,04100	0,1115	0,00430	0,0048	0,57825	0,57825
22	0,37510	1,15193	0,04100	0,1115	0,00700	0,0078	0,57690	0,57690
23	0,36645	1,12537	0,04100	0,1115	0,00565	0,0063	0,58690	0,58690
24	0,28845	0,88583	0,13460	0,3661	0,00430	0,0048	0,57265	0,57265
25	0,28710	0,88168	0,13460	0,3661	0,00700	0,0078	0,57130	0,57130
26	0,29445	0,90426	0,13460	0,3661	0,00565	0,0063	0,56530	0,56530
27	0,34045	1,04552	0,08995	0,2447	0,00430	0,0048	0,56530	0,56530
28	0,32445	0,99639	0,08435	0,2294	0,00430	0,0048	0,58690	0,58690
29	0,33910	1,04138	0,08860	0,2410	0,00700	0,0078	0,56530	0,56530
30	0,32310	0,99224	0,08300	0,2258	0,00700	0,0078	0,58690	0,58690
31	0,28110	0,86326	0,13047	0,3549	0,00565	0,0063	0,58277	0,58277
32	0,38510	1,18264	0,04247	0,1155	0,00565	0,0063	0,56677	0,56677
33	0,37577	1,15401	0,04100	0,1115	0,00565	0,0063	0,57757	0,57757
34	0,28777	0,88376	0,13460	0,3661	0,00565	0,0063	0,57197	0,57197
35	0,33266	1,02162	0,08736	0,2376	0,00430	0,0048	0,57566	0,57566
36	0,33176	1,01886	0,08646	0,2352	0,00700	0,0078	0,57476	0,57476
37	0,33977	1,04345	0,08927	0,2428	0,00565	0,0063	0,56530	0,56530
38	0,32377	0,99431	0,08367	0,2276	0,00565	0,0063	0,58690	0,58690

Dans ce tableau, nous avons les proportions volumiques et massiques de chaque constituant pour les différentes compositions de pâte de ciment. Notre travail consiste à mesurer les réponses relatives à la viscosité mesurée par le temps d'écoulement au cône de Marsh et le diamètre d'étalement mesuré au mini-cône.

La conversion de ces proportions volumiques en proportions massiques aboutira à des valeurs très proches des différents composants pour certaines expériences. Afin d'éviter la répétition des essais, nous éviterons les compositions surlignées dans le tableau 2.10.

Nous aurons à confectionner donc 18 compositions pour lesquelles, nous mesurerons l'étalement au mini-cône ainsi que le temps d'écoulement. Le tableau 2.11 présente les résultats mesurés des réponses pour chaque point.

Tableau 2.11 : Valeurs expérimentales des réponses de la matrice d'expériences.

N° Mélange	C (Ciment)	F (Filler)	P (Plastifiant)	E (Eau)	Etallement (cm)	Temps d'écoulement (s)
1	0,295800	0,134600	0,004300	0,565300	14,1	25,65
2	0,293100	0,134600	0,007000	0,565300	15,5	20,4
3	0,385100	0,043150	0,004300	0,567450	12	42,16
4	0,385100	0,041800	0,007000	0,566100	13,7	25,69
5	0,376450	0,041000	0,004300	0,578250	12,5	30
6	0,375100	0,041000	0,007000	0,576900	14	20,69
7	0,288450	0,134600	0,004300	0,572650	14,8	18,02
8	0,287100	0,134600	0,007000	0,571300	16,3	15,39
9	0,294450	0,134600	0,005650	0,565300	15,3	22,27
10	0,340450	0,089950	0,004300	0,565300	12,9	30,16
11	0,339100	0,088600	0,007000	0,565300	14,3	23,03
12	0,385100	0,042475	0,005650	0,566775	12,7	30,01
13	0,375775	0,041000	0,005650	0,577575	14,1	23,25
14	0,287775	0,134600	0,005650	0,571975	15,7	17,03
15	0,332667	0,087367	0,004300	0,575667	13	23,03
16	0,331767	0,086467	0,007000	0,574767	14,8	18,25
17	0,339775	0,089275	0,005650	0,565300	14,2	27,25
18	0,323775	0,083675	0,005650	0,586900	15,5	12,9

Ayant les réponses pour les différentes compositions de pâte de ciment de notre domaine expérimental, il nous reste à trouver la pâte qui doit présenter les propriétés rhéologiques et d'ouvrabilité convenables pour satisfaire au critère de la pâte autoplaçante en donnant des réponses optimales, c'est l'objectif même de l'analyse par plan de mélanges.

2.6.2. Pâte autoplaçante optimale

Le logiciel STATISTICA offre la possibilité d'optimiser plusieurs réponses du mélange simultanément en cherchant mathématiquement la formulation pour laquelle le modèle postulé donne une réponse qui entre dans l'intervalle des valeurs optimales exigées par l'opérateur. Le logiciel doit se baser sur un degré de satisfaction en fonction de chaque réponse étudiée en faisant intervenir une pondération par la fonction de désirabilité.

2.6.2.1. Définition de la pondération pour la fonction de désirabilité

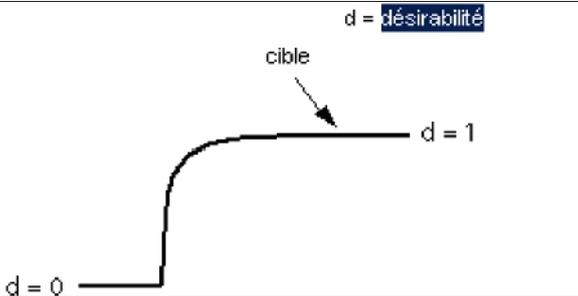
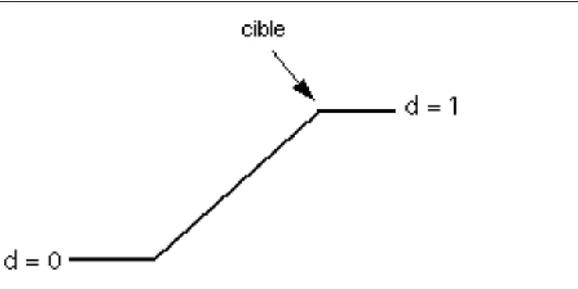
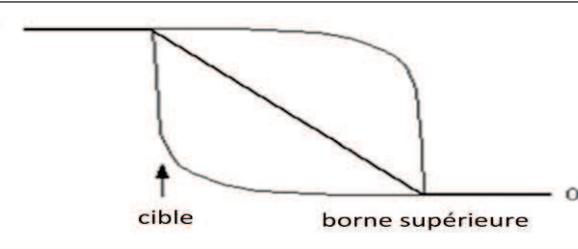
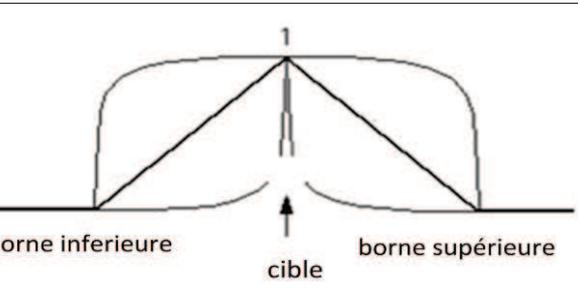
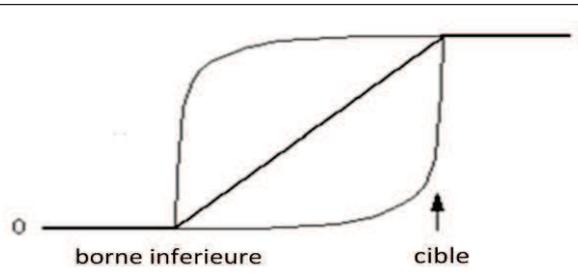
Dans l'approche de l'optimisation par STATISTICA, chaque valeur de réponse est transformée à l'aide d'une fonction de désirabilité spécifique. La pondération définit la forme de la fonction de désirabilité pour chaque réponse. On pourra sélectionner, pour chaque réponse, une pondération (comprise entre 0 et 1) afin de mettre ou non la cible en valeur.

Une pondération :

- Inférieure à 1 (le minimum est 0,1) met la cible moins en valeur,
- Egale à 1 donne une importance égale à la cible et aux bornes.

Le tableau 2.12, montre comment la forme de la fonction de désirabilité change lorsque l'objectif est de maximiser la réponse et que la pondération change :

Tableau 2.12: Fonction de désirabilité en fonction de la réponse.

Pondération	Fonction de désirabilité
<p>Une pondération inférieure à 1 met la cible moins en valeur. Une valeur de réponse éloignée de la cible peut avoir une désirabilité élevée.</p>	
<p>Une pondération égale à 1 donne une importance égale à la cible et aux bornes. La désirabilité pour une réponse augmente de manière linéaire.</p>	
<p>Minimiser la réponse en dessous de la cible, la désirabilité de la réponse est de 1 ; au-dessus de la borne supérieure, elle est de 0.</p>	
<p>Cibler la réponse en dessous de la borne inférieure, la désirabilité de la réponse est 0. Elle est de 1 au niveau de la cible ; au-dessus de la borne supérieure, elle est de 0.</p>	
<p>Maximiser la réponse en dessous de la borne inférieure, la désirabilité de la réponse est de 0 ; elle est de 1 au-dessus de la cible.</p>	

La fonction de désirabilité globale D_g à maximiser est la moyenne géométrique des désirabilités d_i des m réponses d'une étude.

$$D_g = \sqrt[m]{d_1 \cdot d_2 \cdot \dots \cdot d_m} \quad [2.5]$$

Pour le cas de notre étude, et pour concilier les exigences de fluidité, de viscosité, et d'homogénéité (d'après l'expérience), certains auteurs [BAR, 05] [MEB, 10] ont définis les fonctions de désirabilité à l'échelle de la pâte.

2.6.2.1.1. Réponse Etalement (Etal)

La réponse Etalement est parfaitement satisfaisante au-dessus de la valeur de 16 cm, mais elle a une tolérance linéaire jusqu'à la valeur minimale de 14 cm (figure 2.6) [BAR, 05].

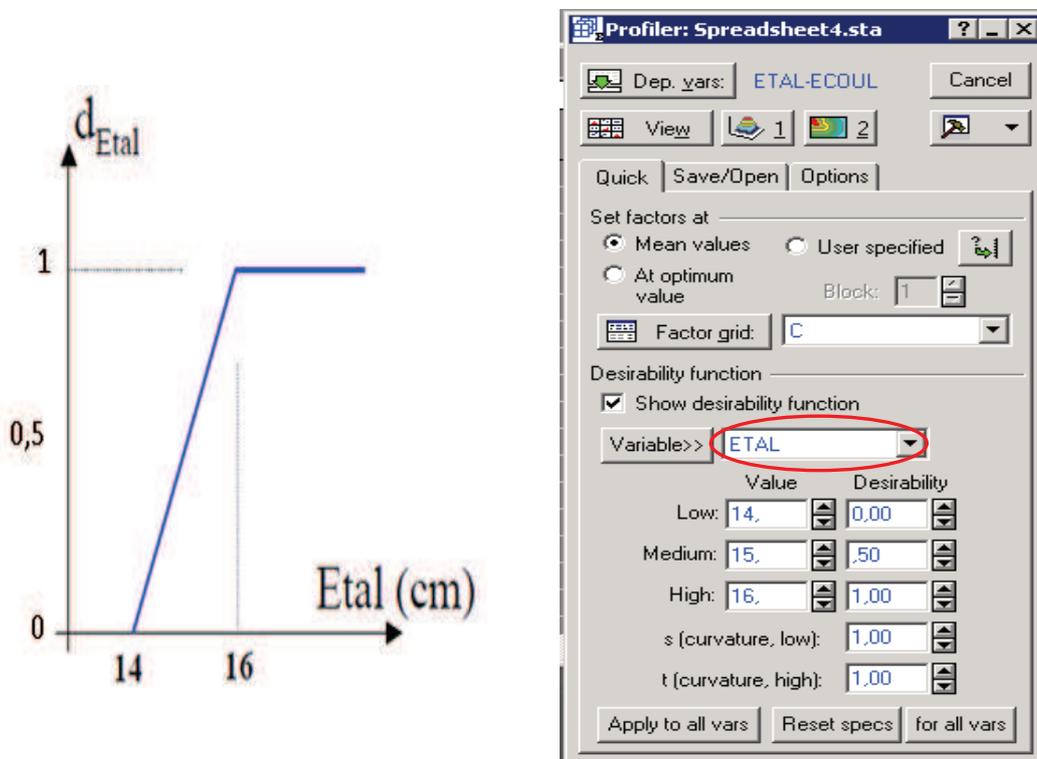


Figure 2.6 : Forme de la fonction de désirabilité pour la réponse étalement & application sur le logiciel STATISTICA.

2.6.2.1.2. Réponse écoulement (Ecoule)

C'est une forme de désirabilité bilatérale avec tolérance, dans laquelle les valeurs minimale et maximale sont respectivement 15 et 20 s, la fonction de désirabilité de cette réponse convergerait vers 1 lorsque le temps d'écoulement au cône de Marsh sera entre 17 et 18 s (figure 2.7) [MEB, 10].

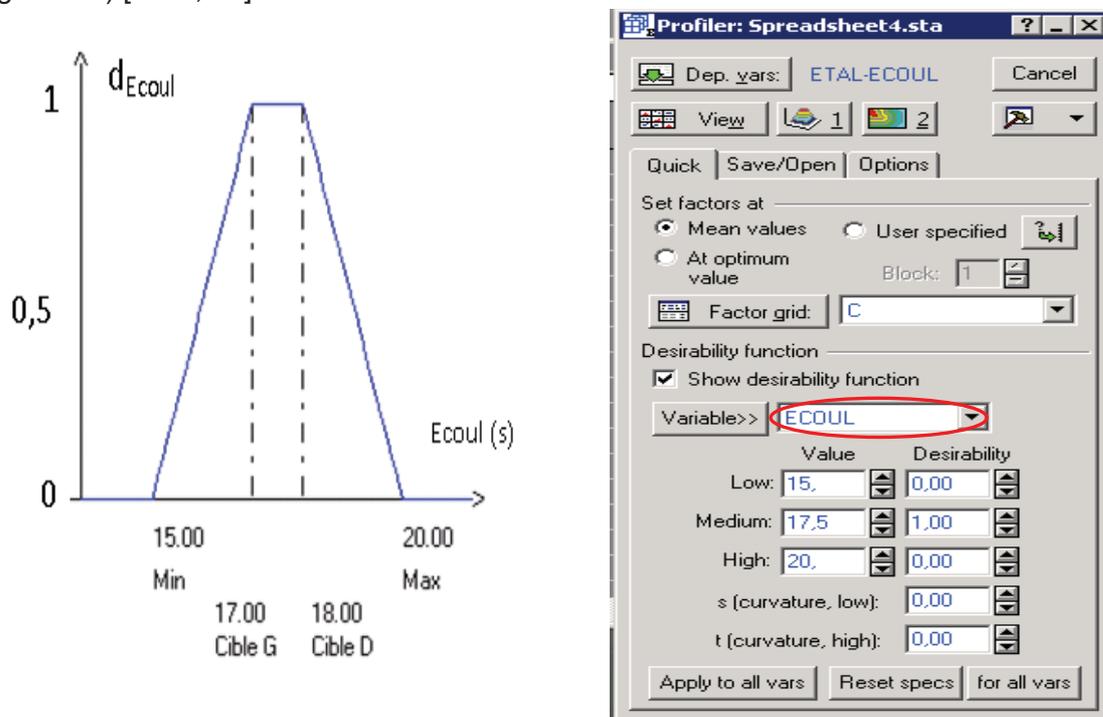


Figure 2.7 : Forme de la fonction de désirabilité pour la réponse écoulement & application sur le logiciel STATISTICA.

La formulation de la pâte de ciment autoplaçante qui répond à une désirabilité globale D_g égale à 1, générée par le logiciel est présentée dans le tableau 2.13.

Tableau 2.13 : Composition du mélange optimal.

Constituant	C	F	P	E
Proportion volumique	0,28779	0,13446	0,00633	0,57142
Dosage (g/l)	883,80	365,73	7,08	571,42

Nous allons confectionner la pâte de ciment générée par le logiciel selon la même procédure utilisée pour les autres pâtes de ciment (Tableau 2.6), pour comparer les valeurs des réponses trouvés avec ceux prédit par le modèle. Les résultats sont présentés dans le tableau 2.14.

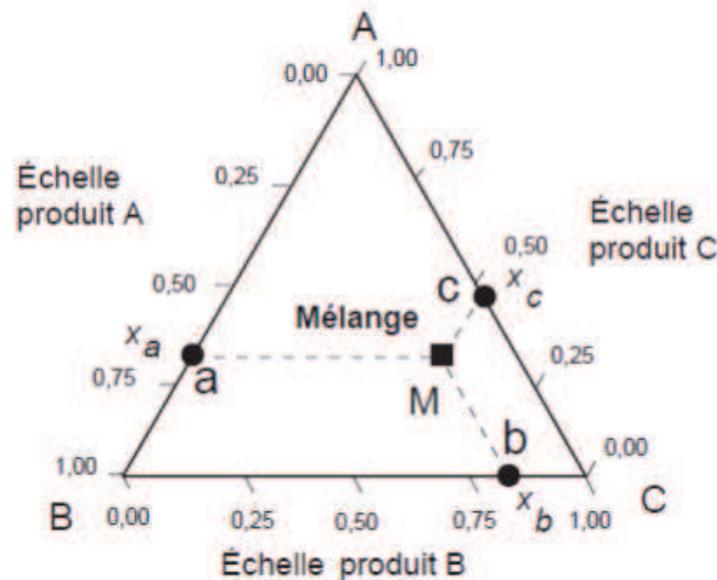
Tableau 2.14 : Réponses du modèle et de l'expérience.

Valeurs	Etalement (cm)	Ecoulement (s)
Cible	≥ 16	15 – 20
Modèle	16,02	16,49
expérimental	15,8	17,38

Nous avons trouvé que les valeurs obtenus expérimentalement entrent dans le domaine de désirabilité, en plus l'écart des valeurs avec le modèle reste faible.

2.6.3. Interprétation des résultats

Nous avons réalisé une analyse d'un plan de mélanges à quatre constituants, la variation des différentes réponses en fonction du dosage des différents constituants est représentée par le logiciel STATISTICA par des plans de coupe représentés par des triangles équilatéraux (figure 2.8) dont les sommets prennent les valeurs maximales d'un facteur. Le quatrième facteur sera fixé et considéré comme étant hors plan.

**Figure 2.8** : Représentation des mélanges à l'aide d'un triangle équilatéral.

L'information que nous recherchons dans la représentation ternaire est le sens de l'évolution d'une réponse. Le constituant prépondérant est facilement repéré dans le diagramme ainsi que son influence sur la réponse dans cette coupe.

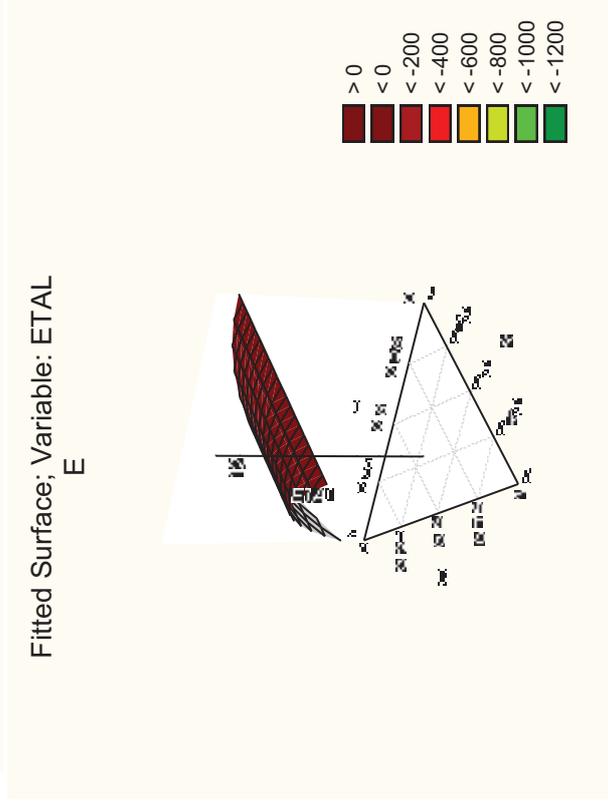
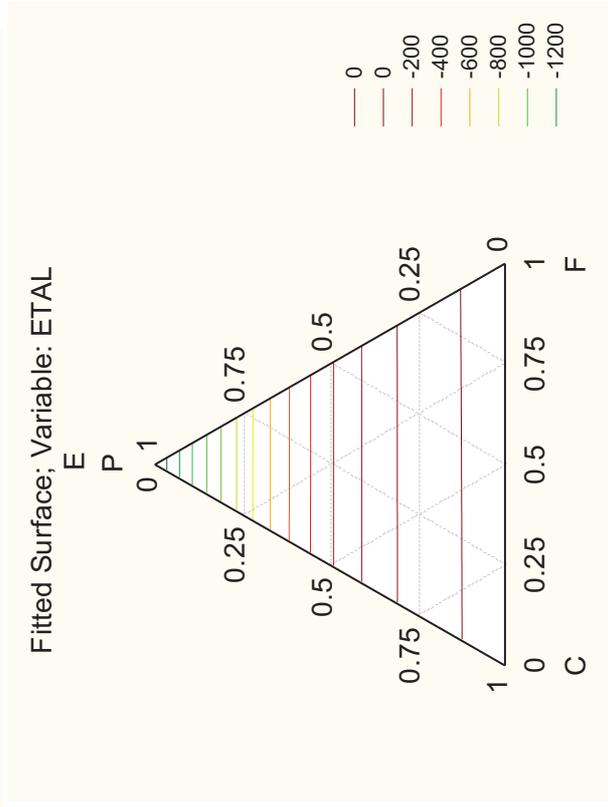
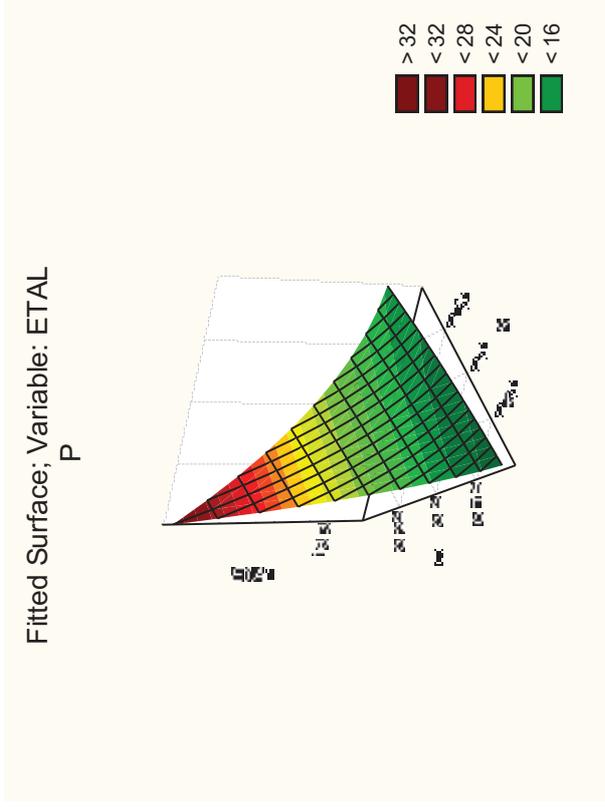
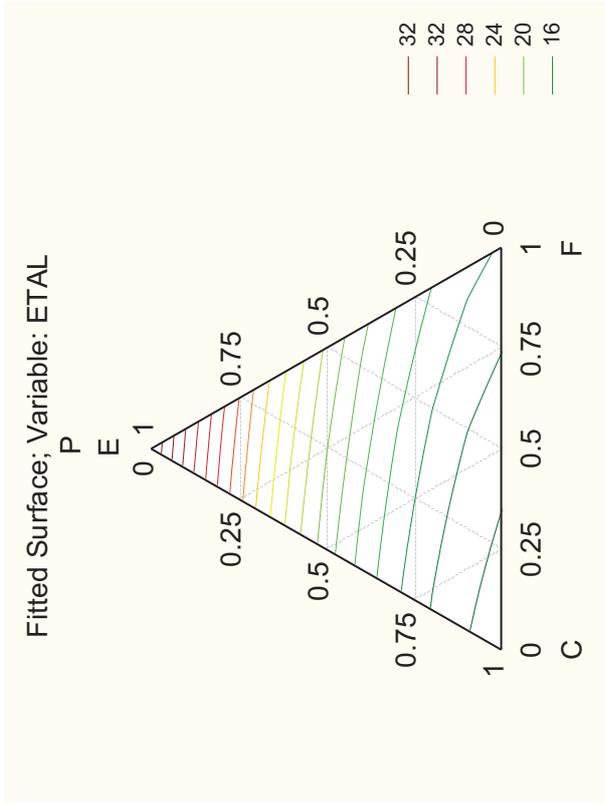


Figure 2.9 (a) : Représentation ternaire dans le plan (E C F) & (P F C) et l'espace pour la réponse ETAL.

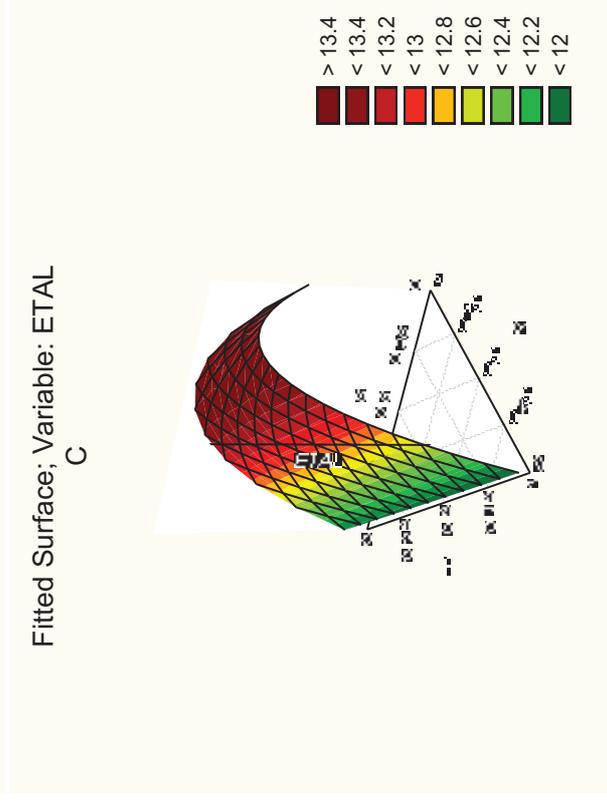
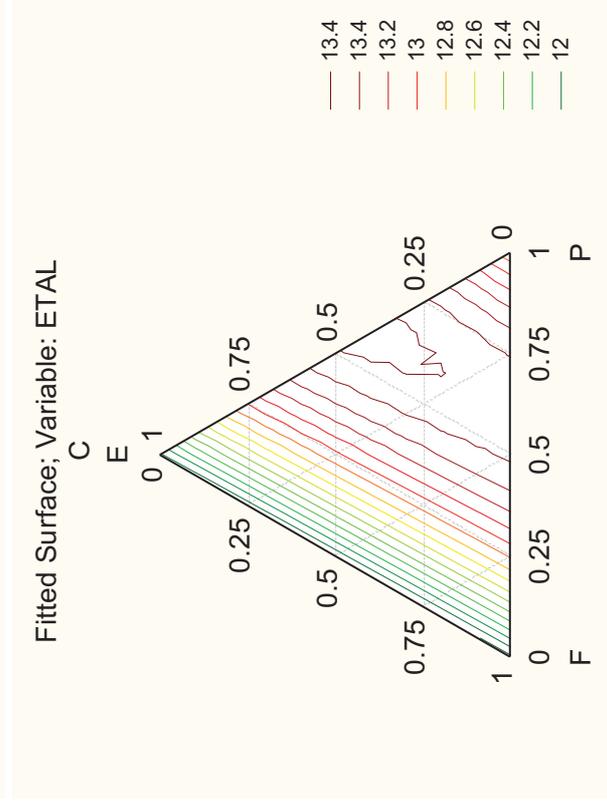
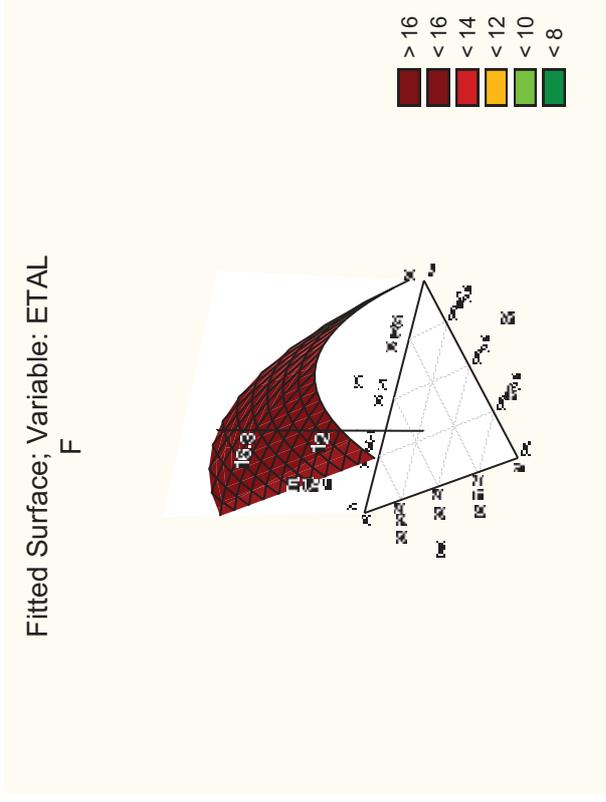
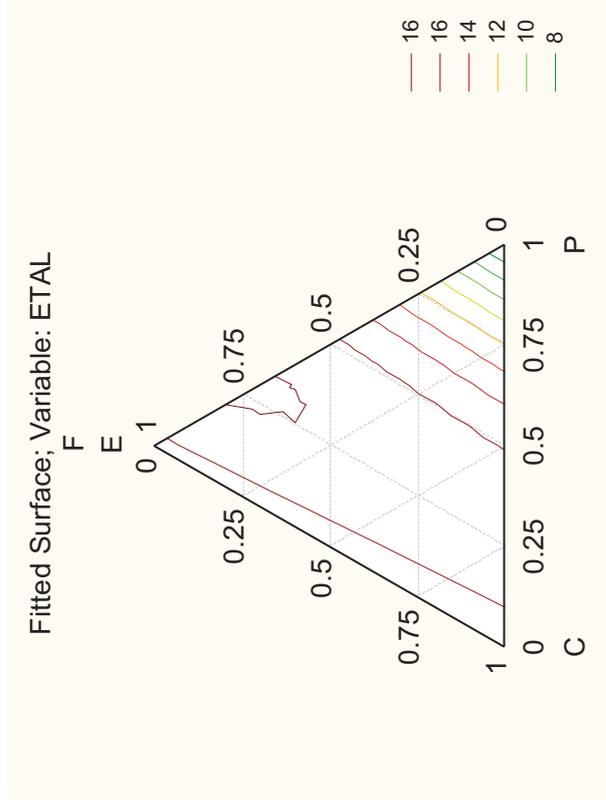


Figure 2.9 (b) : Représentation ternaire dans le plan (E C P) & (E F P) et l'espace pour la réponse Etal.

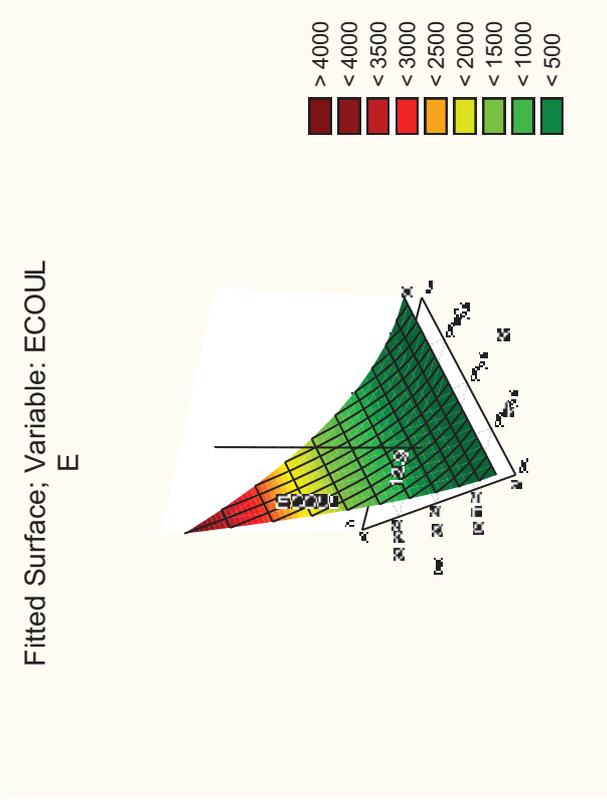
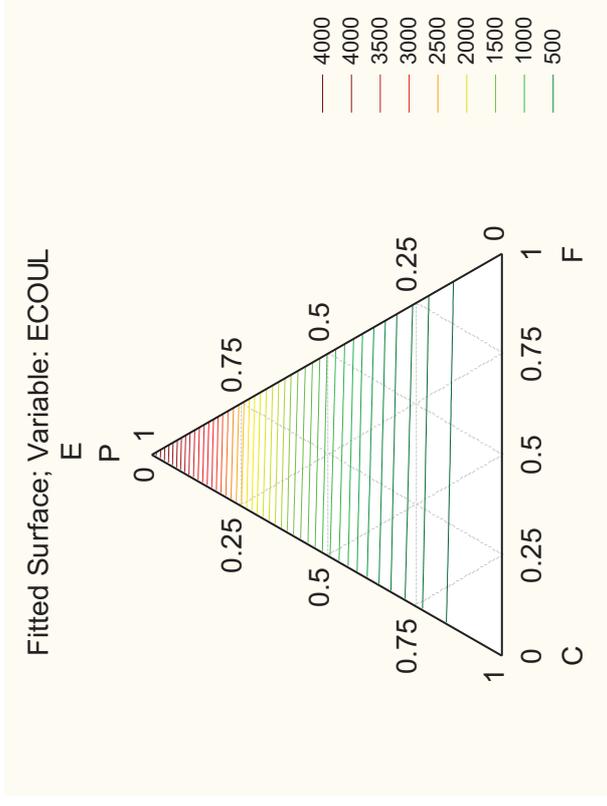
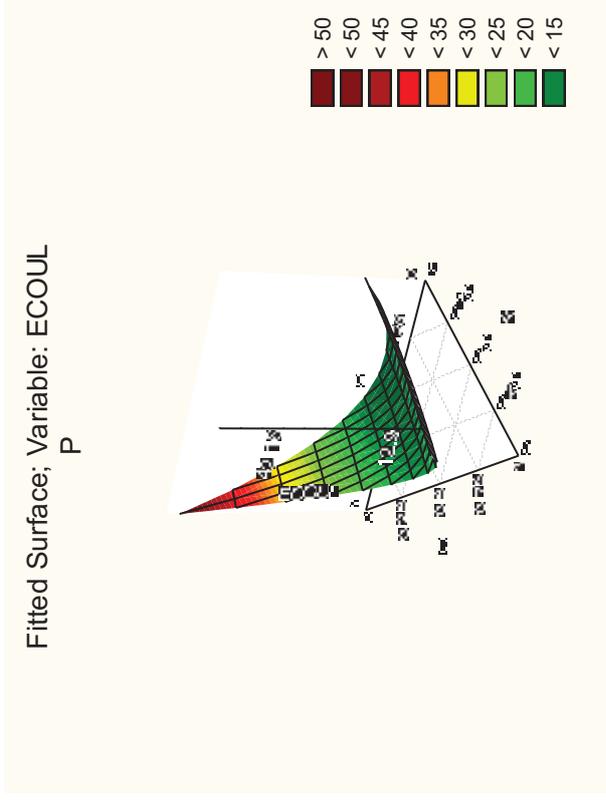
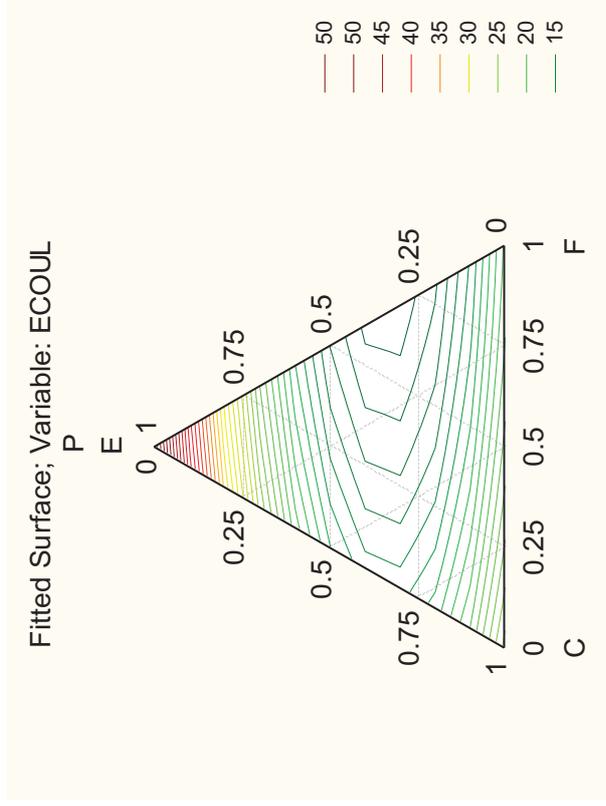


Figure 2.10 (a) : Représentation ternaire dans le plan (E C F) & (P F C) et l'espace pour la réponse Ecoul.

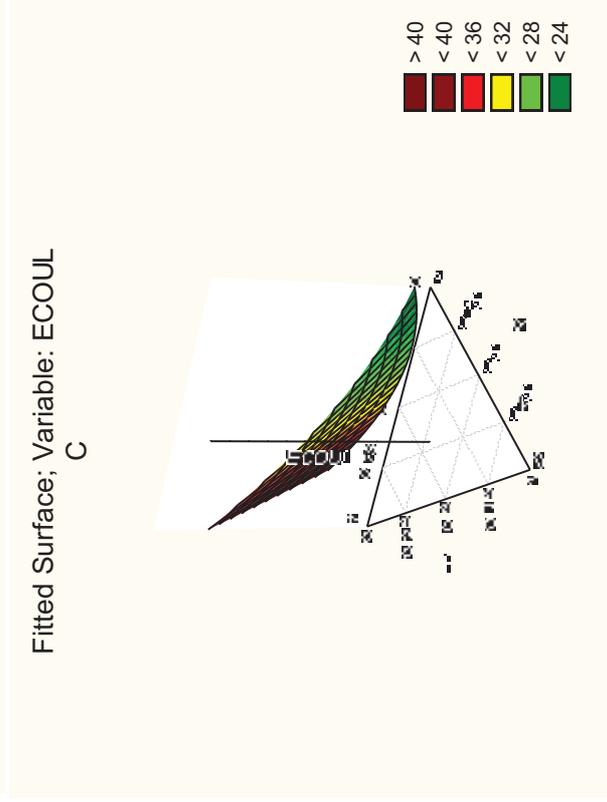
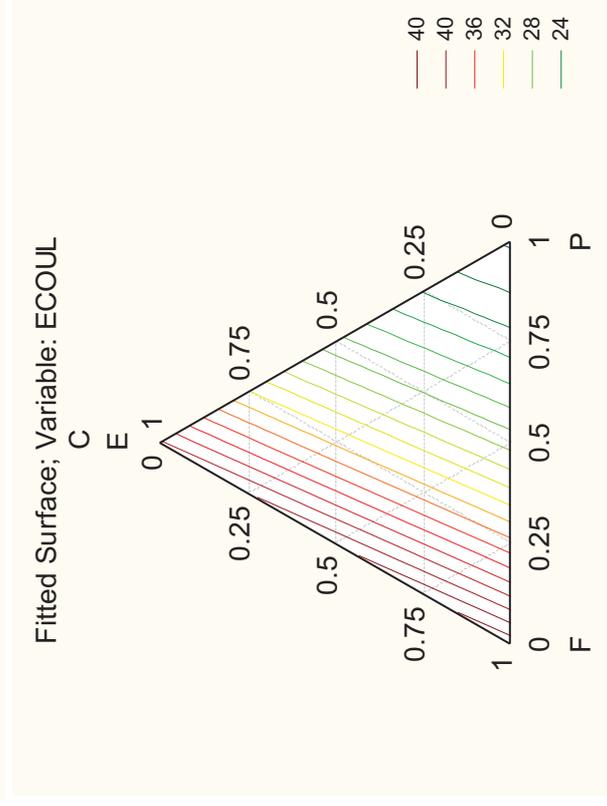
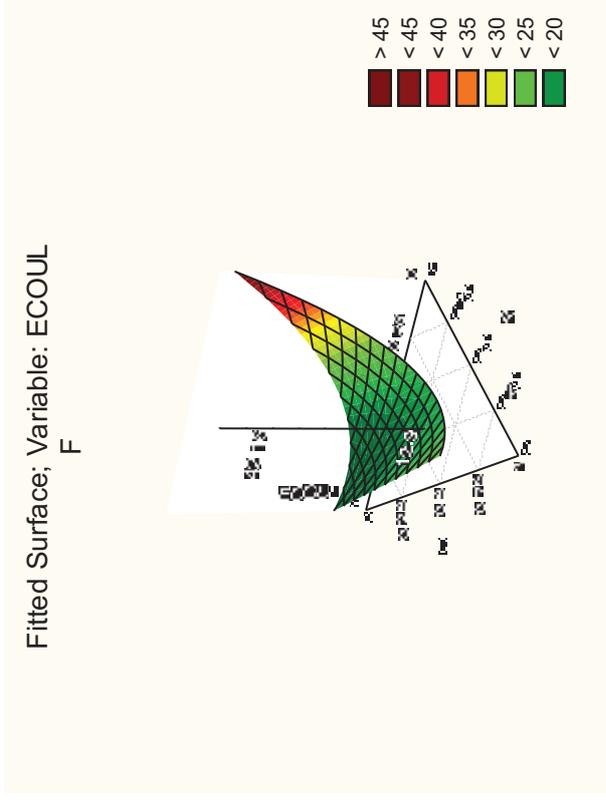
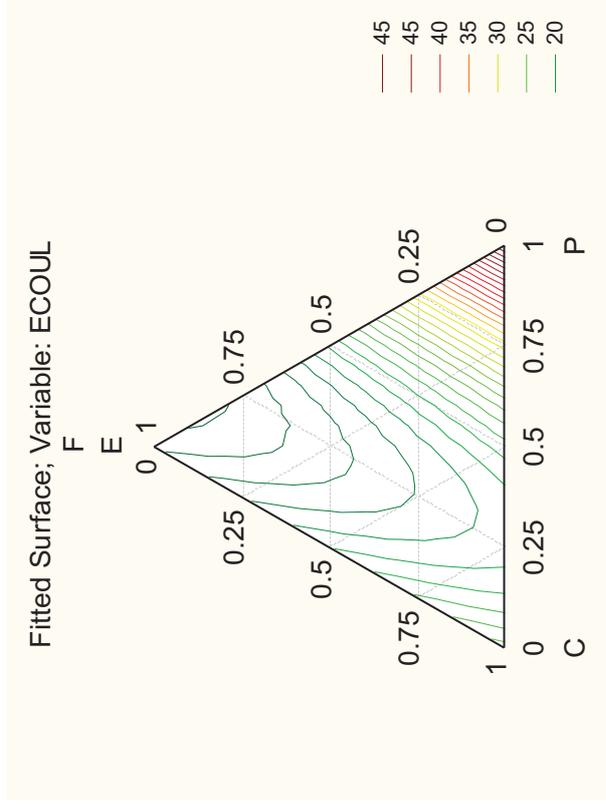


Figure 2.10 (b) : Représentation ternaire dans le plan (E C P) & (E F P) et l'espace pour la réponse Ecoule.

Nous remarquons que pour la réponse étalement, le plastifiant P se révèle le constituant dominant en faisant varier les trois autres constituants hors du plan ; l'eau E devient le constituant prépondérant en posant le constituant P hors plan avec une augmentation de la valeur de l'étalement en fonction de l'augmentation de la valeur de E ; le même raisonnement pourra être fait pour la réponse écoulement.

2.7. Conclusion

Notre point de départ a été l'élaboration d'un programme expérimental qui nous a permis de comprendre l'influence de chaque constituant sur le comportement de la pâte de ciment et délimiter un domaine expérimental où tous les mélanges présentent des caractéristiques mesurables.

Nous sommes passé à une étude par plan de mélange qui prend en compte des paramètres dépendant comme les constituants de notre pâte de ciment où nous avons déterminé une matrice d'expérience à laquelle nous avons relié les deux réponses qui sont l'étalement au mini-cône et l'écoulement au cône de Marsh.

En introduisant le critère de désirabilité de ces deux réponses, grâce au logiciel STATISTICA, nous avons pu obtenir une formulation de la pâte autoplaçante optimale. Le même logiciel offre la possibilité d'avoir des plans de coupe dans l'espace où le constituant prépondérant est, facilement repéré dans le diagramme ainsi que son influence sur la réponse dans cette coupe. Partant de cette formulation de pâte de ciment aux propriétés autoplaçantes, nous validerons en utilisant des matériaux locaux, l'hypothèse selon laquelle l'association de cette pâte à un squelette granulaire donné, aboutira à l'obtention d'un béton autoplaçant.