

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département Génie Civil

Laboratoire Matériaux de Génie Civil & Environnement (LMGCE)

Mémoire de Projet de Fin d'Etudes
pour l'Obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie Civil

Formulation d'une Pâte Autoplaçante
par l'Utilisation de la Méthode des
Plans d'Expériences

MAMI Imene

ZAOUI Cyrine Nadine

Sous la direction de Mme Messaouda CHERRAK, MC B

M. Abderrahim BALI, Prof

Présenté et soutenu publiquement le 11/07/2021

Composition du Jury :

Président	M. El-Hadi BENYOUSSEF,	Prof	ENP
Promotrice	Mme Messaouda CHERRAK,	MC B	ENP
Co-promoteur	M. Abderrahim BALI,	Prof	ENP
Examineur	M. Brahim-Khalil BENAZZOUZ,	MC A	ENP
Examinatrice	Mme Sana STIHI,	MA A	ENP

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département Génie Civil

Laboratoire Matériaux de Génie Civil & Environnement (LMGCE)

Mémoire de Projet de Fin d'Etudes

pour l'Obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie Civil

**Formulation d'une Pâte Autoplaçante
par l'Utilisation de la Méthode des
Plans d'Expériences**

MAMI Imene

ZAOUI Cyrine Nadine

Sous la direction de Mme Messaouda CHERRAK, MC B

M. Abderrahim BALI, Prof

Présenté et soutenu publiquement le 11/07/2021

Composition du Jury :

Président	M. El-Hadi BENYOUSSEF,	Prof	ENP
Promotrice	Mme Messaouda CHERRAK,	MC B	ENP
Co-promoteur	M. Abderrahim BALI,	Prof	ENP
Examineur	M. Brahim-Khalil BENAZZOUZ,	MC A	ENP
Examinatrice	Mme Sana STIHI,	MA A	ENP

ملخص:

الخرسانة ذاتية التوضع، هي مادة قادرة على أن ترص نفسها بنفسها تحت تأثير جاذبيتها عند صيدها في القوالب. تستمد خصائصها بالضرورة من العينة الاسمنتية ذاتية التوضع. هاته الأخيرة هي عبارة عن خليط متشكل من أربع مكونات نجد من بينها مسحوق الزجاج فهو نوع من الإضافات الإسمنتية يستخدم بهدف الحفاظ على البيئة من خلال تدوير النفايات الزجاجية والحد من التلوث الذي يخلفه صناعة الاسمنت. لقد تم اعداد العديد من العجائن من الإسمنت، مسحوق الزجاج، ملدن والماء. يتم تحديد قابلية التشغيل والسيولة للعجينة بالقيام بالعديد من المحاولات على قياسات القطر عن طريق مخروط صغير من أجل تعيين نقطة التشبع المعزز وحساب وقت التدفق باستعمال مخروط مارش.

تم اعتماد أسلوب التصميم التجريبي الذي يسمح بدراسة تأثير مجموعة من العوامل في آن واحد مع التقليل من عدد التجارب والتقليص من الوقت المبرمج لإعدادها، المخطط الذي نفذ أولاً هو مخطط الخليط. وقد أسفر عن تحليل نتائج ال 24 عجينة، عجينة مثالية تحتوي على نسبة 17% من مسحوق الزجاج وهذا لم يمنع من ظهور عوامل جانبية سلبية ناتجة ربما عن ضيق المجال التجريبي ومبدأ التبعية في هذا النوع من التصاميم مما دفعنا للتوجه إلى نوع آخر من التصاميم التجريبية المتمثل في مخطط العوامل الشامل مبقيين على عاملين أساسيين " مسحوق الزجاج والملدن" من أجل التوضيح ودراسة النماذج الرياضية بهدف بروز الآثار الفردية والمشاركة للعوامل.

للمسحوق الزجاجي تأثير سائد وسليبي على الخصائص الريولوجية للعجينة على عكس الملدن الذي كان له تأثير ايجابي. أما فيما يخص التفاعلات، فقد برز فقط التأثير السلبي لمسحوق الزجاج والملدن.

يفتح هذا العمل والذي يعتبر استكشافياً عدة جهات نظر، خصيصاً فيما يتعلق باختيار مجال تجريبي واسع، وتغيير درجات نعومة مسحوق الزجاج ودراسة قياسات القطر وفقاً للزمن. يتوجب أيضاً تحضير خرسانة ذاتية التوضع بالعجينة المدروسة من أجل الهدف الرئيسي المتمثل في اتقان صناعة هذا النوع من الخرسانة.

الكلمات المفتاحية:

عجينة ذاتية التوضع، مسحوق الزجاج، مخطط الخليط، مخطط العوامل الشامل، الريولوجيا.

Abstract :

Self-consolidating concrete (SCC) is highly flowable material that can be spread into place, fill the formwork, and consolidate under its own weight. Its characteristics come mainly from its self-compacting cementitious paste. The latter is a mixture of several constituents, for instance, the incorporation of glass powder (GP) used as a cement addition. The use of GP in concrete industry in general, provides an economic and environmental advantage of recycling waste and reducing the pollution of the cement production. Many pastes have been made composed of cement, glass powder, superplasticizer and water. The workability and the fluidity of the formulated pastes are determined by spreading tests using the mini-cone and the evaluation of the flow time in the Marsh cone.

The experimental design methodology, which allows the variation of several factors at the same time while reducing the number of tests and the time of realization, was adopted to conduct this work. The first plan executed was the mixing plan where the factors were the four constituents. The analysis of the results of the 24 pastes made, resulted in an optimal self-placing paste containing 17% of glass powder. Some shortcomings have arisen from this first part. They are probably related to the narrowness of the experimental field and to the principle of dependence of the variables in this type of plan. This led us to move towards a complete factorial plan with two factors: the glass powder and the superplasticizer. The aim was to provide clarification and to be able to establish mathematical models allowing the highlighting of the individual and combined effects of the factors.

The effect of the glass powder was predominant and negative on the rheology of the mixtures, unlike the superplasticizer whose effect was positive. As for the interactions, only the negative combined effect of glass powder and superplasticizer was highlighted.

This work, which we would qualify as exploratory, opens up on several perspectives, in particular the consideration of larger experimental fields, varying the fineness of glass powder and also studying the kinetics of spreading. It is also necessary to make the transition from the paste phase to that of the concrete to achieve the main goal of mastering of SCC formulation.

Key words:

Self-compacting paste (SCP), glass powder, mix design, design experiments, rheology.

Résumé :

Le béton autoplaçant (BAP), est un matériau capable de se mettre en place seul sous l'effet de la pesanteur lors du coulage dans les coffrages. Ses caractéristiques proviennent essentiellement de sa pâte cimentaire autoplaçante. Cette dernière, est un mélange de plusieurs constituants, en l'occurrence la poudre de verre (PV) utilisée en tant qu'ajout cimentaire. Son usage dans l'industrie du béton de manière générale, procure un avantage économique et environnemental par le recyclage de déchets et la réduction de la nuisance de l'industrie de ciment. De nombreuses pâtes ont été élaborées à partir de ciment, de poudre de verre, de superplastifiant (SP) et d'eau. L'ouvrabilité et la fluidité des pâtes formulées sont appréhendées par des essais de l'étalement au mini-cône et évaluation du temps d'écoulement au cône de Marsh.

La méthode des plans d'expériences, qui permet la variation de plusieurs facteurs en même temps tout en réduisant le nombre d'essais et le temps de réalisation, a été adoptée pour concrétiser ce travail. Le premier plan exécuté était le plan de mélange ou les facteurs étaient les quatre constituants. L'analyse des résultats des 24 pâtes réalisées, a permis l'aboutissement à une pâte autoplaçante optimale contenant 17% de PV. Certaines insuffisances ont découlé dès cette première partie. Elles sont probablement liées à l'étroitesse du domaine expérimental et au principe de dépendance des variables dans ce type de plan. Cela nous a amené à s'orienter vers un plan factoriel complet dont les deux facteurs étaient la PV et le superplastifiant, dans le but d'apporter des éclaircissements et pouvoir établir des modèles mathématiques permettant la mise en exergue des effets individuels et conjugués des facteurs.

L'effet de la PV a été prédominant et négatif sur la rhéologie des mélanges, contrairement au SP dont l'effet était positif. Quant aux interactions, seul l'effet conjugué négatif de PV et SP a été mis en relief.

Ce travail, qu'on qualifierait d'exploratoire, s'ouvre sur plusieurs perspectives, notamment la considération de domaines expérimentaux plus larges, faire varier la finesse de PV et étudier aussi la cinétique de l'étalement. Il faut aussi faire la transition de la phase pâte à celle du béton pour concrétiser le but principal qu'est la maîtrise de formulation de BAP.

Les mots clés :

Pâte autoplaçante, poudre de verre, plan de mélange, plan factoriel complet, rhéologie.

Remerciements

En premier lieu, nous tenons à remercier notre créateur le tout puissant de nous avoir donné le courage et la force pour mener et finaliser ce travail.

Nous souhaitons remercier tout d'abord, notre promotrice Madame Messaouda CHERRAK, Maître de Conférences à l'École Nationale Polytechnique, qui nous a accompagné, soutenu, épaulé durant toute la durée même en post et pré travail par ses conseils, ses connaissances, son expérience avec un professionnalisme indescriptible, sans nous priver et sans hésiter à tout mettre à notre disposition avec toutes les clés disponibles pour promouvoir ce projet.

Par la suite, nous voudrions remercier notre Co-promoteur Monsieur Abderrahim BALI, Professeur et directeur de laboratoire à l'école Nationale Polytechnique pour sa présence, pour l'ajout de son savoir qui assaisonne notre travail.

Et puis, nous tenons à remercier Monsieur El-Hadi BENYOUSSEF pour sa précieuse aide apportant une autre approche à notre projet.

Par ailleurs, on remercie Monsieur Zakaria SKANDER, MC B à l'Université de MEDEA pour nous avoir apporté son aide durant les essais des échantillons.

Ensuite, nous tenons à remercier Monsieur le Professeur Malek OULD HAMOU, Directeur de laboratoire au Département Génie Minier pour nous avoir guidé dans la manipulation du broyeur PM100.

Également, nous voulons remercier Monsieur Abdelkader MEBROUKI, professeur à l'université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem pour tous les documents qui nous a fournis.

Nous tenons à remercier infiniment Madame Samia SEKHRI, Ingénieur de laboratoire, Monsieur G. Ahmed, Technicien du laboratoire pour tout leur aide au niveau du laboratoire de l'École Nationale Polytechnique. Ainsi que Madame ELGUERGUARI Sihem secrétaire du département pour son soutien continu.

Nous adressons également nos remerciements les plus chaleureux aux membres des jury, Professeur El-Hadi BENYOUSSEF, Monsieur Brahim-Khalil BENAZZOUZ et Madame Sana STIHI pour avoir accepté d'examiner notre projet et de valoriser au maximum notre travail.

Pour finir, nous voudrions remercier tous les enseignants qui nous ont encadrés dès nos premiers pas au cursus universitaire.

Dédicace

A ma maman, ma confidente, à ma chérie, à celle qui m'a donné la vie, à celle qui m'a tout appris, à cette merveilleuse personne qu'elle est que je ne pourrais jamais remercier assez, ou dire ce qu'elle représente pour moi, à cette personne à qui je donnerais tout rien que pour voir un sourire dessiner son visage, le diplôme universitaire en tête. Que dieu te garde pour nous.

A ma grande et unique sœur Maya merci d'être toujours derrière moi, à me soutenir, à m'aider quel que soit la difficulté et d'éclairer mon chemin.

A mon petit frère Salim merci pour tes encouragements de loin et d'être l'épaule sur laquelle je peux compter.

A mon père merci d'être toujours présent.

A ma tante Sonia, à la deuxième mère que dieu m'a donnée merci pour ta présence et tes encouragements tout le temps.

A mon binôme Cyrine, la personne qui a partagé ce modeste travail avec moi merci pour ton soutien pendant ces trois années de spécialité et pour ta patience avec moi.

A toutes personnes, amies qui ont pu m'aider, m'encourager, me soutenir de près ou de loin, merci.

En dernier lieu j'aimerais rendre hommage et remercier des personnes chères à mon cœur qui malheureusement ne font plus partie de ce monde.

Je remercie ma tante Soraya qu'on vient de perdre tout fraîchement qui tenait toujours à connaître notre parcours scolaire et avoir des nouvelles de nos résultats, en nous encourageant et en voyant que le diplôme est une arme fatale.

Et un immense merci à ma grand-mère maternelle « YAYA », elle nous a obligé, poussé, encouragé à étudier, à réétudier et rendre les études un type de foie auquel il faut croire pour réaliser nos rêves, qu'ils étaient un peu les siens, mes regrets qu'elles soient absentes lors de cet événement, je vous aime que dieu vous accueille dans son vaste paradis.

MAMI Imene

Dédicace

Tout d'abord, je tenais à remercier ma chère maman, la femme qui s'est sacrifiée sa vie pour ses cinq enfants toute seule, celle qui a veillé sur notre bonheur notre joie et à nous assurer un meilleur mode de vie. A Mme. MOULK OUMNOUN, la maman qui a jouée tous les rôles familiaux pour nous faire vivre dans des bonnes conditions et nous faire grandir sous son amour. Ma maman la guerrière, que dieu te garde pour nous, et inshallah je te rendrai fière. Merci maman.

A mon grand frère Amine, le frère qui nous a pris en charge sur tous les plans et nous a mis sous sa responsabilité dès son jeune âge. Akhi merci pour tout ce que tu as fait pour nous.

Je dédie ce projet aussi à mes trois sœurs Chouchou, Imene et Alcia qui m'ont soutenu nuits et jours pendant tout mon parcours, et qui m'ont aidé à ressortir toutes mes capacités. Mes sœurs je vous dis merci de tout mon cœur.

Je le dédie à ma nièce Céline et mon neveu Anir qui sont la source de ma joie.

A mes coachs Malik KAOUA et Ahmed DJEMAI ZOGHLACHE, pour leurs conseils si précieux qui m'ont servie à me mieux organisée et équilibrée mon temps entre mes études et ma passion de pratiquer le Basketball.

A mon binôme Imene, ma copine avec laquelle j'ai partagée toutes ces trois années de spécialité, merci pour ton humeur, ta patience et ta présence.

A mes amies Cylia, Dalia, Nour, Yasmine, Afifa et à toutes personnes qui a contribué de près ou de loin pour la réalisation de ce projet de fin d'études qui est pour moi une fierté.

ZAOUI Cyrine Nadine

Table des Matières

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

Introduction Générale	14
Partie 01 : Recherche Bibliographique	16
Chapitre 01 : Pâte autoplaçante.....	17
1.1 Introduction	18
1.2 Définition	18
1.3 Constituants	18
1.3.1 Ciment	18
1.3.2 Ajouts cimentaires.....	19
1.3.3 Ajouts chimiques.....	24
1.3.4 Eau.....	26
1.4 Les caractéristiques d'une pâte autoplaçante	26
1.4.1 Mini-Cône	27
1.4.2 Essai au cône de Marsh	28
1.5 Influence des constituants sur la pâte autoplaçante (PAP)	28
1.5.1 Influence du rapport E/L	29
1.5.2 Influence du ciment	29
1.5.3 Influence du superplastifiant	30
1.5.4 Influence des agents de viscosité	32
1.5.5 Influence des additions cimentaires	33
1.6 Les principales applications des pâtes autoplaçantes	35
1.7 Conclusion	35
Chapitre 02 : La poudre de verre	36
2.1. Introduction	37
2.2. Définition	37
2.3. Propriétés du verre	38
2.3.1. Propriétés optiques	38
2.3.2. Propriétés chimiques	38
2.3.3. Propriétés mécaniques	38
2.3.4. Propriétés thermiques	38
2.3.5. Propriétés électriques	38
2.4. Recyclage du verre	38
2.5. Comportement du verre dans un milieu cimentaire autoplaçant	39
2.5.1. Réaction alcali-silice du verre	39
2.5.2. Réaction pouzzolanique du verre	40
2.6. Comparaison du verre à la cendre volante	41
2.7. Influence de l'utilisation de la poudre de verre dans les BAP	42
2.8. Domaine d'application du verre dans le Génie Civil	43
2.9. Les avantages d'utilisation de la poudre de verre	44
2.10. Conclusion	45
Chapitre 03 : Introduction aux plans d'expériences.....	46
3.1. Introduction	47
3.2. Terminologie	47

3.2.1.	Facteurs	47
3.2.2.	Domaine expérimental	47
3.2.3.	Réponse	48
3.2.4.	Modélisation	48
3.3.	Les différents types de plan d'expériences	49
3.3.1.	Plan factoriel complet	49
3.3.2.	Plan factoriel fractionnaire	49
3.3.3.	Plan de mélange	50
3.4.	Notions de statistique appliquées aux plans d'expériences	55
3.5.	Conclusion	57
Partie 02 : Partie expérimentale		58
Chapitre 04 : Matériaux et matériels		59
4.1.	Introduction	60
4.2.	Matériaux	60
4.2.1.	Le ciment.....	60
4.2.2.	La poudre de verre.....	61
4.2.3.	Le superplastifiant	61
4.2.4.	L'eau.....	62
4.3.	Les matériels	62
4.3.1.	Broyeur planétaire à billes	62
4.3.2.	Appareil Los Angeles	63
4.3.3.	La tamiseuse	63
4.3.4.	Le malaxeur	64
4.3.5.	Le mini- cône	65
4.3.6.	Le cône de Marsh	65
4.3.7.	Permeabilimètre	66
4.4.	Conclusion	66
Chapitre 05 : Formulation de la pâte		67
5.1.	Introduction	68
5.2.	Elaboration d'un plan de mélange	68
5.2.1.	Les facteurs et les réponses	69
5.2.2.	Le modèle mathématique	69
5.2.3.	Domaine expérimentale	70
5.2.4.	Consistance de la pâte de ciment	71
5.2.5.	Domaine expérimental	74
5.2.6.	Matrice d'expérience	75
5.3.	Elaboration d'un plan factoriel complet à deux facteurs	76
5.3.1.	Les facteurs et le domaine expérimental	77
5.3.2.	Modèle mathématique	77
5.3.3.	Matrice d'expérience	78
5.4.	Résultats	79
5.4.1.	Plan de mélange	79
5.4.2.	Plan factoriel complet à deux facteurs	81
5.5.	Conclusion	82
Chapitre 06 : L'analyse et l'interprétation des résultats		83
6.1.	Introduction	84

6.2.	Analyse des résultats du plan de mélange	84
6.2.1.	Résultats des essais du mini-cône	84
6.2.2.	Résultats au cône de Marsh	87
6.2.3.	L'analyse par les diagrammes ternaires	89
6.2.4.	La corrélation entre l'étalement et le temps d'écoulement	92
6.2.5.	Détermination de la pâte optimale	92
6.3.	L'analyse par le plan factoriel complet	94
6.3.1.	Résultats au mini-cône	94
6.3.2.	Résultats au cône de Marsh	95
6.3.3.	Diagrammes de surface de réponses	96
6.3.4.	Modèle Obtenus	98
6.3.5.	Fiabilité du modèle	99
6.4.	Bilan	101
6.5.	Conclusion	102
	Conclusion Générale.....	103
	Bibliographie	105
	ANNEXE A	110
	ANNEXE B	115
	ANNEXE C	117
	ANNEXE D	118

LISTE DES FIGURES :

Figure 1.1. Le ciment.....	19
Figure 1.2. La cendre volante.....	20
Figure 1.3. Fumé de silice.....	21
Figure 1.4. Pouzzolane.....	22
Figure 1.5. Laitier haut fourneau.....	23
Figure 1.6. La poudre de verre.....	24
Figure 1.7. Représentation schématique du mécanisme général d'action des superplastifiants.....	25
Figure 1.8. Mini-cône.....	27
Figure 1.9. Le seuil de cisaillement en fonction de l'étalement.....	27
Figure 1.10. Cône de Marsh.....	28
Figure 1.11. L'étalement en fonction du rapport E/C.....	29
Figure 1.12. Le seuil de cisaillement en fonction du rapport E/C pour différents % de SFC.....	30
Figure 1.13. La viscosité en fonction du rapport E/C pour différents % de SFC.....	30
Figure 1.14. Le seuil de cisaillement en fonction du dosage de SP.....	31
Figure 1.15. La viscosité apparente en fonction du dosage de SP.....	32
Figure 1.16. La viscosité en fonction du dosage du SP.....	32
Figure 1.17. La porosité en fonction du temps.....	34
Figure 1.18. La résistance à la compression en fonction du dosage en filler calcaire.....	34
Figure 2.1. La poudre de verre.....	37
Figure 2.2. Indice d'activité pouzzolanique du verre utilisé dans des conditions.....	40
Figure 2.3. Trottoir réalisé avec de la PV.....	43
Figure 2.4. Différent modèles du terrazzo.....	44
Figure 2.5. Tuile en verre.....	44
Figure 2.6. Brique en verre.....	44
Figure 3.1. Représentation géométrique d'un mélange à deux facteurs.....	51
Figure 3.2. Représentation géométrique d'un mélange à 3 facteurs.....	52
Figure 3.3. Représentation géométrique d'un mélange à 4 facteurs.....	52
Figure 4.1. Ciment utilisé.....	60
Figure 4.2. Superplastifiant utilisé.....	62
Figure 4.3. Broyeur PM100.....	63
Figure 4.4. Appareil los Angeles.....	63
Figure 4.5. Tamiseuse.....	64
Figure 4.6. Malaxeur à mortier.....	64
Figure 4.7. Mini-cône.....	65
Figure 4.8. Cône de Marsh.....	65
Figure 4.9. Perméabilimètre.....	66
Figure 5.1. Etapes du mélange.....	71
Figure 5.2. Aspect sec de la pâte.....	72
Figure 5.3. Aspect ferme de la pâte.....	72
Figure 5.4. Aspect plastique de la pâte.....	73
Figure 5.5. Aspect fluide de la pâte.....	74
Figure 5.6. Ségrégation de la pâte.....	74
Figure 5.7. Pâte ferme (essai 08).....	80
Figure 5.8. Pâte fluide (essai 05).....	80

Figure 5.9. Pâte plastique (essai 12)	80
Figure 5.10. Pâte de l'essai 01	81
Figure 5.11. Pâte de l'essai 02.....	81
Figure 5.12. Pâte de l'essai 03.....	82
Figure 5.13. Pâte de l'essai 04.....	82
Figure 5.14. Pâte de l'essai 06.....	82
Figure 6.1. Le diamètre d'étalement en fonction du ciment.....	84
Figure 6.2. Le diamètre d'étalement en fonction de la PV.....	85
Figure 6.3. Le diamètre d'étalement en fonction du SP.....	86
Figure 6.4. Le diamètre d'étalement en fonction de l'eau.....	86
Figure 6.5. Le temps d'écoulement en fonction du ciment.....	87
Figure 6.7. Le temps d'écoulement en fonction de la PV.....	88
Figure 6.8. Le temps d'écoulement en fonction du SP.....	88
Figure 6.9. Le temps d'écoulement en fonction de l'eau.....	89
Figure 6.9. Représentation d'un diagramme ternaire.....	90
Figure 6.10. Diagramme ternaire du temps d'écoulement T(s) pour les valeurs inférieures.....	90
Figure 6.11. Diagramme ternaire du temps d'écoulement T(s) pour les valeurs supérieures....	90
Figure 6.12. Diagramme ternaire de l'étalement D(cm) pour les valeurs inférieures.....	91
Figure 6.13. Diagramme ternaire de l'étalement D (cm) pour les valeurs supérieures.....	91
Figure 6.14. Corrélation entre D (cm) et T (s).....	92
Figure 6.15. Le diamètre d'étalement en fonction de la PV.....	94
Figure 6.16. Le diamètre d'étalement en fonction du SP.....	95
Figure 6.17. Le temps d'écoulement en fonction de la PV.....	95
Figure 6.18. Le temps d'écoulement en fonction du SP.....	96
Figure 6.19. Le temps d'écoulement en fonction de la PV et du SP.....	97
Figure 6.20. Le diamètre d'étalement en fonction de la PV et du SP.....	97

LISTE DES TABLEAUX :

Tableau 1.1. Classes de CV.....	20
Tableau 1.2. Propriétés physique de la CV.....	20
Tableau 1.3. Composition chimique de la fumée de silice.....	21
Tableau 1.4. Composition chimique de la pouzzolane.....	22
Tableau 1.5. Composition chimique du LHF.....	23
Tableau 1.6. Propriétés physiques du LHF.....	23
Tableau 1.7. Composition de la Poudre de Verre.....	24
Tableau 2.1. La quantité des déchets de verre et le pourcentage de recyclage des différents pays	39
Tableau 4.1. Caractéristiques du ciment	61
Tableau 4.2. Caractéristiques de la PV.....	61
Tableau 4.3. Caractéristiques du SP	62
Tableau 5.1. Composition des pâtes étudiées	70
Tableau 5.2. Dosage des pâtes fermes	72
Tableau 5.3. Dosage des pâtes d'aspect plastique	73
Tableau 5.4. Dosage des pâtes d'aspect fluide	73
Tableau 5.5. Contraintes implicites.....	75
Tableau 5.6. Matrice d'expérience du plan de mélange	75
Tableau 5.7. Facteurs et leurs niveaux	76
Tableau 5.8. Matrice d'expérience du plan factoriel	77
Tableau 5.9. Résultats des essais effectués sur les pâtes.....	78
Tableau 5.10. Résultats des essais effectués sur les pâtes.....	81
Tableau 6.1. Composition de la pâte optimale	93
Tableau 6.2. La validation de la pâte optimale	93
Tableau 6.3. Signification des facteurs pour l'étalement	98
Tableau 6.4. Signification des facteurs pour l'écoulement	99
Tableau 6.5. Validation du modèle de l'étalement	99
Tableau 6.6 Validation du modèle de l'écoulement	100

Introduction générale :

À l'heure actuelle, le béton est le matériau le plus utilisé dans le monde de la construction. Il fait l'objet de plusieurs travaux d'études et de recherche dans le but d'aboutir, à chaque fois, à un béton toujours plus performant et plus avantageux.

L'un des types du béton ayant un impact sur la mise en œuvre et la cadence de travail, est le béton autoplaçant « BAP ». Ce dernier a été mis au point à la fin des années 1980 par des chercheurs de l'université de Tokyo.

Sa principale particularité est sa mise en place sans vibration dans toutes les parties du coffrage mêmes les plus complexes. Le mérite de franchissement de cette lourde tâche, revient à ses performances rhéologiques exceptionnelles, notamment à sa très grande fluidité, son homogénéité, ainsi que sa stabilité.

La formulation des bétons autoplaçants continue à ce jour d'être un point focal de la recherche. Ainsi aucune méthode ne fait encore l'unanimité. Elles sont nombreuses et on compte parmi elles : la méthode basée sur l'optimisation de la compacité des mélanges granulaires, méthode basée sur la formulation chinoise et la méthode basée sur l'optimisation de la pâte.

L'étude des BAP est complexe car le nombre de paramètres est élevé en comparaison avec un béton ordinaire. Le recours à l'optimisation de la pâte, élément clé régissant la fluidité de l'ensemble, paraît opportun à plusieurs titres. En plus de réduire le nombre de paramètres, les expériences sont allégées, de manipulation facile et rapide à exécuter. Le passage en seconde étape de l'échelle de la pâte à celui du béton, se fera aisément par l'élaboration des ajustements adéquats en introduisant, entre autres, les granulats au rapport préconisé pour ce type de béton.

En se basant sur ce principe, il est préconisé par conséquent l'étude de la formulation de pâte autoplaçante en fonction des dosages de ses constituants, tout en spécifiant la poudre de verre comme ajout par substitution au ciment allant dans le sens de la valorisation des déchets et protection de l'environnement. La contribution de chacun des constituants, ainsi que leurs interactivités sur les propriétés rhéologiques des pâtes, sont examinées. Pour ce faire, la méthode envisagée est celle des plans d'expériences où il sera défini les facteurs influents et les réponses à considérer. Ces dernières se rattachent essentiellement aux propriétés rhéologiques des pâtes, notamment, leur ouvrabilité et fluidité qui sont déduites des essais d'étalement au mini-cône et du temps d'écoulement au cône de March respectivement. À partir d'essais préliminaires, un domaine expérimental est déduit, à l'intérieur duquel les mesures sont possibles. L'adoption de cette approche permet de réduire considérablement le nombre d'expériences à effectuer, de mettre le problème en équation puis procéder à la résolution numérique en traitant les données par un logiciel spécialisé qui est Minitab V17. La synthèse des résultats permettra l'obtention de la formule optimale à retenir. Entre autres, on précise que pour ce type de composition, il est préconisé d'utiliser un plan de mélange qui n'est autre qu'une forme particulière d'un plan factoriel complet. Les propriétés d'un mélange dépendent généralement de sa composition et il se trouve que l'on veuille traduire les variations des propriétés rhéologiques en fonction de la concentration des divers constituants.

Introduction Générale

Ceci permettra la compréhension des mécanismes contrôlant la rhéologie des pâtes et donc des BAP assurant ainsi une meilleure maîtrise. Il est recommandé pour ce type de mélange (pâtes autoplaçantes), l'utilisation du plan de mélange qui est un cas particulier de plan factoriel, mais au cours de l'expérience, l'observation de quelques anomalies a été faite, ce qui nous a conduit à faire intervenir un autre type de plan d'expériences qui est le plan factoriel complet à deux facteurs.

Le but de nos études rhéologiques est d'apporter une contribution à la compréhension générale des phénomènes impliquant la poudre de verre étant fine par application des plans d'expériences. Cette méthode dont la spécificité réside dans le fait qu'elle permette la synthèse de l'influence de tous les paramètres avec les interactions éventuelles.

Le mémoire englobant la présente étude, est structuré en une introduction générale, six chapitres et une conclusion générale.

Le premier chapitre définit la pâte autoplaçante, ses constituants et l'influence de ces derniers. Il comporte aussi quelques résultats bibliographiques attachés au thème.

Le deuxième chapitre est consacré à la poudre de verre qui constitue le noyau de notre étude. On y trouve ses propriétés, son recyclage, son comportement, son influence et son domaine d'application. Ce chapitre se termine par l'énumération des avantages que procure l'utilisation de la poudre de verre.

Le troisième chapitre introduit les plans d'expériences où il éclaircit leurs notions, leurs vocabulaires, leurs principes. De plus, il définit les types de plans d'expériences et sur quelle base se fait le choix d'un plan.

Le quatrième chapitre présente les matériaux et les matériels utilisés dans cette étude avec leurs caractéristiques.

Le cinquième chapitre expose l'élaboration des deux types de plans d'expériences étudiés (plan de mélange et plan factoriel complet), ainsi que la formulation des pâtes.

Le sixième chapitre, est dédié à l'analyse et l'interprétation des résultats, suivi, pour parachever ce travail, par une conclusion générale qui synthétise tout ce qui a été fait tout en présentant quelques perspectives envisagées pour de futures thématiques.

Partie 01 :
Recherche Bibliographique

Chapitre 01 :

Pâte Autoplaçante

1.1 Introduction :

Le béton est un matériau hétérogène qui est constitué de deux phases, l'une fluide (la pâte) et l'autre solide (le squelette granulaire).

Dans certains types de bétons, il est préférable d'étudier la phase fluide à savoir la pâte que le béton lui-même et en général c'est à cause de sa complicité. Comme notre cas le BAP.

Donc afin de tirer des conclusions concernant le comportement rhéologique du BAP il est impératif d'étudier sa pâte autoplaçante (PAP).

1.2 Définition :

Une pâte autoplaçante est une pâte de ciment obtenue par un mélange dans des proportions définies (ciment, addition cimentaires, superplastifiant et eau). Elle englobe tous les constituants du béton mis à part le squelette granulaire qui n'en fait pas partie. Son optimisation permet donc l'optimisation d'un nombre important des intrants du béton, notamment le béton autoplaçant.

Cette pâte relie le squelette granulaire du béton et évite au maximum les frottements entre les granulats. D'autant plus que son volume est élevé dans les BAP ce qui favorise la fluidité des mélanges en réduisant encore plus ses frottements entre les grains.

Aussi, elle a une retombée sur le phénomène de prise. Enfin son étude permet de prédire le comportement rhéologique des bétons autoplaçants (BAP).

Selon Papo [1988], on peut définir l'intérêt de l'étude d'une pâte en 4 points :

- Fournir un outil utile pour contrôler la production de ciment ;
- Obtenir un moyen de prédire l'influence des additifs chimiques sur le comportement du béton ;
- Obtenir des informations complémentaires sur la chimie du ciment ;
- Des applications particulières, telles que les injections de coulis de ciment.

1.3 Constituants :

1.3.1 Ciment:

Le ciment Portland est une très fine poudre broyée, mélangée à l'eau, permet d'obtenir une pâte qui représente le constituant à l'origine de la cohésion du béton. Cette poudre issue du broyage du clinker qui résulte de la cuisson à 1450°C d'un mélange homogène d'argile et calcaire.

Selon la norme le ciment NF EN 197-1 [2012], on a 5 catégories de ciment :

- **CEM I** : Le ciment Portland qui contient au moins 95% de clinker ;
- **CEM II** : Le ciment portland composé qui contient entre 65% et 94% de clinker ;
- **CEM III** : Le ciment de haut-fourneau contient entre 5 et 64 % de clinker ;
- **CEM IV** : Le ciment pouzzolanique qui contient entre 45 et 89% de clinker ;
- **CEM V** : Le ciment composé qui contient entre 20 et 64% de clinker.

Et, pour un ciment Portland normal on a la composition chimique et les pourcentages suivants :

- Le silicate tricalcique C_3S (50 à 70 %) ;
- Le silicate bi calcique C_2S (15 à 30 %) ;
- Aluminate tricalcique C_3A (5 à 10 %) ;
- Aluminoferrite tétracalcique C_4AF (5 à 15 %).

Le ciment est utilisé à la fabrication des bétons, des mortiers, des enduits...



Figure 1.1. Le ciment

1.3.2 Ajouts cimentaires:

Les additions sont des matériaux minéraux fins qu'on ajoute au béton ou même à la pâte de ciment dans le but de modifier ou d'améliorer certaines propriétés à l'état frais comme à l'état durci.

On distingue deux types d'additions, qui sont les suivants :

- Additions de type I : ce sont des additions quasiment inertes ;
- Additions de type II : ce sont des additions à caractère pouzzolanique ou hydraulique.

On peut citer :

1.3.2.1 La cendre volante (NF EN 450- 1) :

La cendre volante est un matériau minéral, pulvérulent. C'est un résidu de combustion qui se mélange aux particules fines et aux gaz formant la fumée. Elle provient principalement de la combustion du charbon dans le domaine d'industrie.

Elle peut remplacer le ciment jusqu'à 50%, ce qui réduirait son coût. Par ailleurs, la cendre volante retarde le début de prise d'une pâte de ciment et elle augmente sa résistance à la compression à long terme.



Figure 1.2. La cendre volante

IL existe 2 classes de cendres volantes, selon ASTM (norme ASTM C618) :

Tableau 1.1. Classes de CV

La classe	Le type	La teneur
Classe F	Cendres volantes silico-alumineuses	– SiO ₂ varie entre 47 et 59 – Al ₂ O ₃ est de 22% – Fe ₂ O ₃ varie entre 6 et 9%
Classe C	Cendres volantes silico-calciques	– SiO ₂ est de 37% – Al ₂ O ₃ est de 17% – Fe ₂ O ₃ est de 6%

Tableau 1.2. Propriétés physiques de la CV

Masse volumique (Kg/m ³)	Surface spécifique de Blaine (cm ² /g)	Granularité classique (µm)	Morphologie
2900	2200-4000	d ₅₀ = 33 d _{max} < 100	Sphérique, angulaire ou creuse

1.3.2.2 La fumée de silice (NF EN 13263) :

La fumée de silice est un produit pulvérulent obtenue lors de la production de silicium et des alliages récupéré à la surface du four de réduction par des ventilateurs principaux. Elle est constituée de particules de forme sphérique de diamètre 0.1 µm qui sont 100 plus fines que les particules de ciment.

Son dosage habituel varie de 5% à 15% de la masse du ciment. Son incorporation augmente la fluidité d'un mélange cimentaire.

La fumée de silice joue deux rôles : le premier est un rôle pouzzolanique obtenu grâce à sa structure amorphe, sa très haute teneur en silice et à sa grande surface spécifique. Le deuxième est un rôle de remplissage des vides entre les grains de ciment.



Figure 1.3. Fumé de silice

Tableau 1.3. Composition chimique de la fumée de silice

Composants	La teneur (%)
SiO ₂	85-98
Fe ₂ O ₃	0.1-4.4
Al ₂ O ₃	0.2-2.5
CaO	0.02-2.6
MgO	0.2-2
Na ₂ O	0.2-1.5
K ₂ O	0.5-6.9
C	1.3-4.3
SO ₃	0.1-0.4

1.3.2.3 Les pouzzolanes :

Les pouzzolanes sont des roches naturelles friables et peu denses de composition silico-alumineuse avec une structure alvéolaire. Elles sont d'origine sédimentaire (volcanique) ou bien artificielle. Elles ne sont pas encore normalisées.

Leurs réactions avec l'eau et l'hydroxyde de chaux donnent naissance à de nouveaux composés peu solubles, stables avec des propriétés liantes. Elles possèdent une résistance à la chaleur et au gel.

Le dosage en pouzzolanes varie entre 15 et 20% pour les ciments composés.



Figure 1.4. Pouzzolane

Tableau 1.4. Composition chimique de la pouzzolane

Composants	Teneur (%)
SiO ₂	45.21
Al ₂ O ₃	17.85
Fe ₂ O ₃	9.84
CaO	9.99
MgO	4.38
Pertes au feu (PF)	3.91

1.3.2.4 Laitiers de haut fourneau (NF EN 15167-1) :

Les laitiers de haut-fourneau (LHF) sont des sous-produits de la sidérurgie. Ces derniers sont générés au cours de la production de l'acier, lors de l'étape de l'élaboration de la fonte à partir de minerai de fer. Selon le processus de refroidissement du laitier en fusion, on distingue deux familles :

- Le laitier cristallisé, obtenu par un refroidissement lent qui le transforme en une roche dure artificielle et chimiquement stable ;
- Le laitier vitrifié, obtenu par un refroidissement brutal, généralement à l'eau (appelé la trempe), qui lui confère une structure vitreuse lui permettant de développer des propriétés analogues à celles du ciment.

Le laitier de haut fourneau permet de réduire le seuil de cisaillement et la viscosité dans les pâtes de ciment [Park et al, 2005].

Le Laitier de haut fourneau a connu un essor considérable dans la fabrication du ciment. Initialement il n'était utilisé que dans la construction routière. C'est en fait un déchet qui a permis de réduire le coût du ciment et également l'émission des gaz à effet de serre.



Figure 1.5. Laitier haut fourneau

Tableau 1.5. Composition chimique du LHF

Composants	Teneur (%)
SiO ₂	29-38
Al ₂ O ₃	13-24
K ₂ O	0.9
CaO	38-48
MgO	≤ 6
Sulfates ≤ 2	≤ 2

Tableau 1.6. Propriétés physiques du LHF

Masse volumique (Kg/m ³)	Surface spécifique de Blaine (cm ² /g)	Granularité classique (µm)	Morphologie
2700-3000	≥ 3000	d ₅₀ = 10 d _{max} < 40	Particules anguleuses

1.3.2.5 La poudre de verre :

La poudre de verre est un ajout cimentaire alternatif. Sa haute teneur en silice amorphe SiO₂ lui donne des propriétés pouzzolaniques en se combinant avec la chaux pour produire d'autres hydrates.

Elle peut être incorporée à une teneur allant jusqu'à 30% de la masse du ciment.

En outre, la poudre de verre peut être utilisée dans l'isolation, glaçages, matériaux réfractaires, amélioration des sols, brique améliorée, stockage de la chaleur et comme addition pour les mélanges soit pâte de ciment, béton ou autres.

Cet ajout représente le noyau de notre recherche et qui est sera détaillé dans le chapitre suivant.

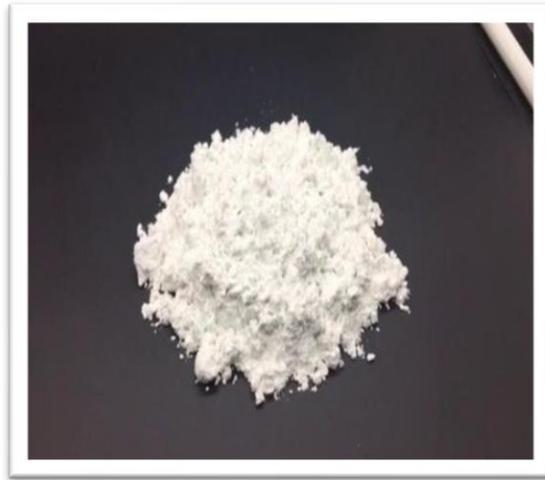


Figure 1.6. La Poudre de verre

Tableau 1.7. Composition de la Poudre de Verre

Composants	Teneur (%)
SiO ₂	70.5
Al ₂ O ₃	1.42
Fe ₂ O ₃	0.10
CaO	8.43
MgO	4.01
Na ₂ O	15.28
SO ₃	0.25
Pertes au feu (PF)	0.22

1.3.2.6 Autres additions :

Il existe d’autres additions cimentaires soit par recyclage des matériaux ou non et on peut citer : la poudre des pneus de véhicules, la poudre de marbre, la poudre de tuf, les émulsions de bitume, les cendres de bagasse de canne à sucre, les poussières du ciment, les cendres de balle de riz, les cendres de biomasse de bois en rebut, la farine de roche, les pigments, le schiste calciné, les fibres (d’acier, PE, PP).

1.3.3 Ajouts chimiques:

Les adjuvants ou ajouts chimiques sont des produits introduits aux mélanges (pâte, béton, mortier...) en faible quantités dans le but de modifier ou d’améliorer certains paramètres (temps de prise, ouvrabilité, caractéristiques mécaniques...).

Pour les mélanges autoplaçants, les adjuvants les plus utilisés sont :

1.3.3.1 Superplastifiant :

Superplastifiant ou fluidifiant comme ancienne appellation est un adjuvant pour les matériaux de construction qui améliore l'ouvrabilité d'un mélange (mortier, pâte de ciment, coulis de ciment, béton...) et il joue également le rôle de haut réducteur d'eau qui permet de limiter la quantité d'eau à l'état frais pour ainsi réduire la porosité et augmenter la résistance mécanique du mélange durci. De plus il modifie le temps de prise.

Le superplastifiant peut réduire jusqu'à 30% les besoins en eau dans un mélange par rapport à un réducteur d'eau normal qui ne réduit que de 10% à 15%.

Les superplastifiants disposent tous sur leurs structures des fonctions anioniques qui ont beaucoup d'affinité avec les surfaces chargées positivement des grains de ciment. En effet, lors des premiers stades de l'hydratation, les phases majoritairement présentes sont les C_3S , les C-S-H et l'ettringite. Les C_3S et C-S-H sont des phases silicates, et possèdent une charge de surface négative [C. Autier, 2013]. En raison de la diversité des phases des grains de ciment, l'absorption des superplastifiants ne se fait pas uniformément sur toute la surface mais plutôt elle privilège les phases aluminates

En Général, comme superplastifiant on trouve les lignosulfonates. C'est la première molécule « réductrice d'eau », qui constitue le dérivé de la lignine qui est un sous-produit d'industrie papetière de base issu du fractionnement d'une matière végétale.

On trouve également parmi les plus utilisés, les polycarboxylates qui sont un squelette carboné classique. Ils sont plus efficaces que les précédents.

Lors de l'hydratation, on emprisonne une quantité plus au moins importante d'eau. L'agglomération du ciment est due aux interactions entre les différentes phases des particules. En s'adsorbant à la surface des grains les superplastifiants s'opposent à ce phénomène d'agglomération.

Le dosage du superplastifiant dans une composition de béton varie en général de 0.8% à 3% de la masse de ciment.

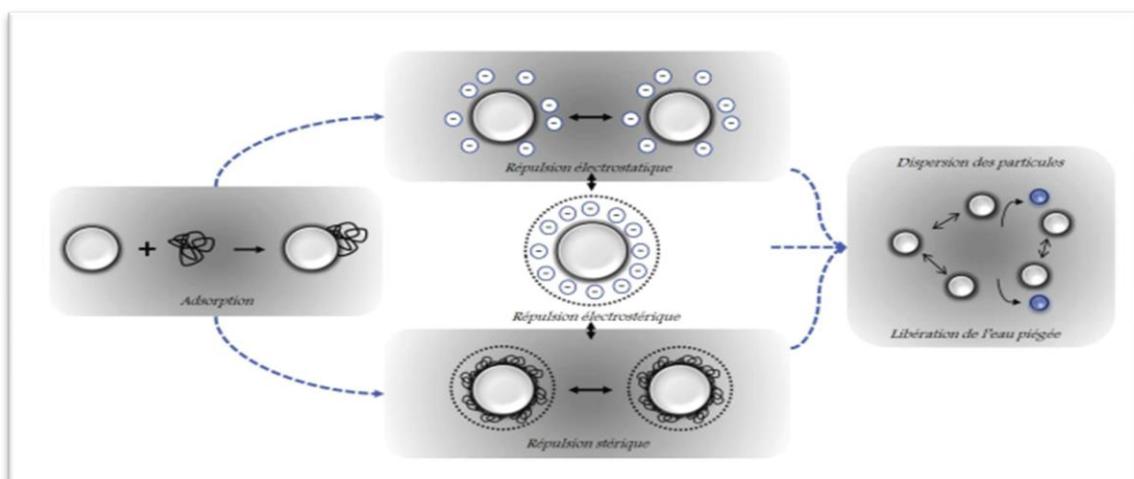


Figure 1.7. Représentation schématique du mécanisme général d'action des superplastifiants

1.3.3.2 Agent de viscosité :

Un agent de viscosité (VMA), appelé également agent colloïdal est un produit soluble dans l'eau dont la composition contient des molécules de longues chaînes de polymères. Leur principale fonction est d'augmenter la viscosité d'un mélange ce qui donne une bonne consistance à ce dernier, empêche par la suite le ressuage et limite les risques de ségrégation.

Selon KAWAI [1987], les agents de viscosité sont classés en :

- Polymères naturels, incluant l'amidon, les protéines de plantes, la gomme welan et toutes les autres gommes naturelles ;
- Polymères semi synthétiques, comme les amidons décomposés et leurs dérivés, les éthers de cellulose comme l'hydroxypropyl méthyl cellulose (HPMC), l'hydroxyde éthyle cellulose (HEC), et le carboxyle méthyle cellulose (CMC) ;
- Polymères synthétiques, principalement les polyéthers (polyéthylène glycol), les polyacrylamides et ceux basé sur le vinyle (Alcool polyvinylique).

Les agents de viscosité les plus utilisés dans les formulations de béton autoplaçant au Canada sont soit à base de polysaccharides comme la gomme welan, soit des dérivés des éthers de cellulose (HPMC).

Dans notre cas de projet, on a utilisé un superplastifiant.

1.3.4 Eau:

L'eau est un élément indispensable pour la formulation d'une pâte autoplaçante ou béton de construction.

Pour notre projet, on n'a pas dépassé la valeur de E/C qui est égale à 0,4.

1.4 Les caractéristiques d'une pâte autoplaçante :

La théorie de l'élasticité et de la mécanique des fluides n'est pas applicable sur une pâte autoplaçante, donc certains physiciens ont inventé le terme de rhéologie (étude de l'écoulement et la déformation d'un matériau sous l'action d'une contrainte) pour que la caractérisation de ce type de matériau puisse se faire.

Une pâte autoplaçante doit être :

- Stable ;
- Homogène ;
- Fluide ;

Comme premiers essais (à l'état frais) qui constituent une approche simple pour caractériser l'activité rhéologique d'une pâte autoplaçante, il y a :

1.4.1 Mini-Cône:

L'Essai au mini-cône ou essai d'étalement est inspiré de l'essai de cône d'Abrams, mais avec ses propres dimensions comme présenté sur la figure (1.8). Cet essai consiste à remplir le mini-cône placé sur une surface horizontale et mesurer le diamètre sur les 2 directions. Après l'avoir soulevé et attendu 1 minute, la valeur du diamètre sera la moyenne des deux mesures prises. Ainsi, il permet de nous renseigner sur la fluidité (l'ouvrabilité) de la pâte autoplaçante.

Le principal avantage de cet essai est la facilité et la rapidité d'exécution car il ne nécessite qu'une petite quantité de matériaux.

L'aptitude de cet essai était suivie selon la norme (NF EN 196-1).

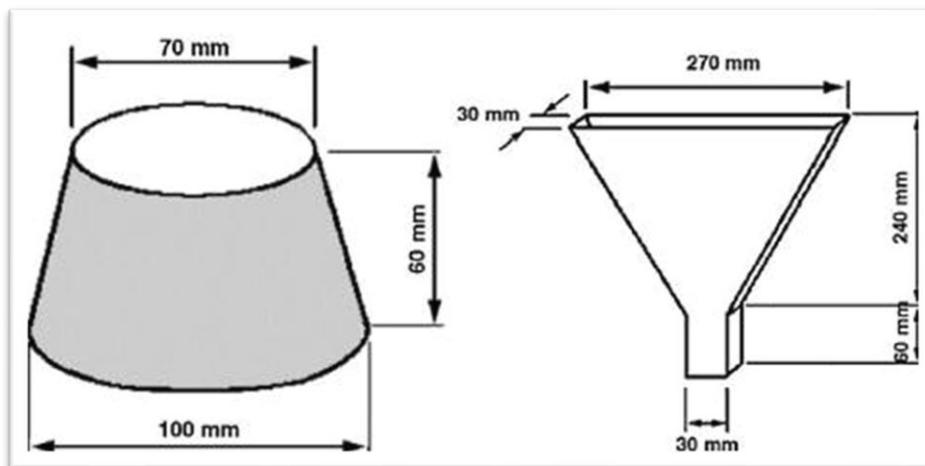


Figure 1.8. Mini-cône

La figure (1.9) montre que le seuil de cisaillement diminue avec l'augmentation du diamètre d'étalement.

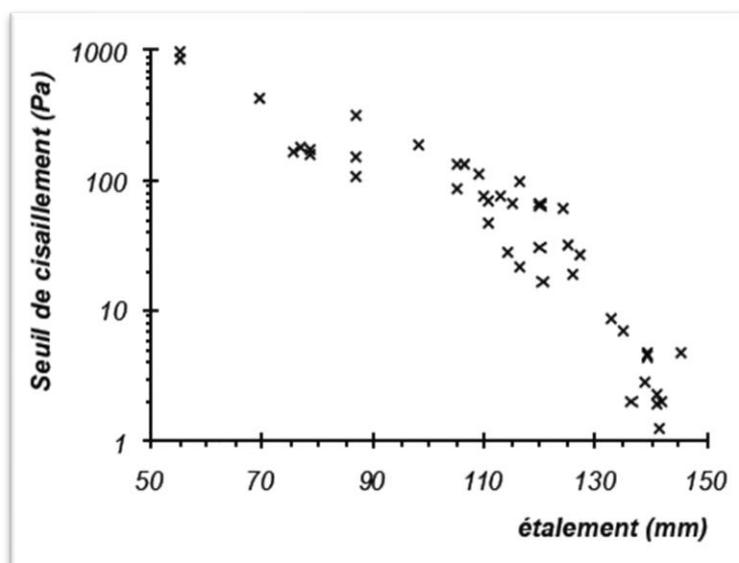


Figure 1.9. Le seuil de cisaillement en fonction de l'étalement

1.4.2 Essai au cône de Marsh :

L'essai au cône de Marsh est standardisé selon la norme. Il est utilisé dans plusieurs industries. Il a pour but la détermination de l'écoulement de la pâte autoplaçante et sa capacité à remplir un volume fixé (1 litre).

L'essai consiste en une méthode simple et pratique pour l'obtention d'une mesure relative de la fluidité d'une pâte où elle est inversement proportionnelle au temps d'écoulement. Par ailleurs, La viscosité apparente est d'autant plus grande que le temps d'écoulement est grand.

Les caractéristiques géométriques des cônes peuvent être légèrement différentes les unes des autres [MENNAI Amor,2013].



Figure 1.10. Cône de Marsh

D'après les caractéristiques d'une pâte autoplaçante, on peut en déduire celle du béton autoplaçant (BAP).

1.5 L'influence des constituants sur la pâte autoplaçante (PAP) :

L'étude de la pâte est une étude miniaturisée du béton. Sa manipulation est plus facile et moins laborieuse que celle du béton, qui peut être très fastidieuse et pas économique. Donc le recours à l'optimisation de la pâte en premier lieu, peut s'avérer plus économique, plus rapide, plus facile tout en permettant l'optimisation d'un nombre important des constituants du béton. Certes cette optimisation initiale nécessite un ajustement quand on passe à l'échelle du béton, néanmoins, il a été montré que la convergence vers un béton répondant aux attentes se fait plus rapidement et avec moins d'expériences que si on procédait à l'optimisation sur béton directement. Par ailleurs, du fait que la pâte de ciment est constituée de plusieurs composants, un certain nombre de facteurs influencent son comportement rhéologique [Papo et Piani, 2004 ; Vikan et al.2007] :

- Rapport E/L (Eau/Liant) ;
- Composition chimique et minéralogique du ciment ;
- Temps d'hydratation et changements structuraux liés à la cinétique d'hydratation ;

- Réactivité chimique des ajouts minéraux ;
- Distribution granulométrique, densité, finesse Blaine, forme géométrique et texture de la surface des poudres (ciment et ajouts minéraux) ;
- Propriétés des adjuvants chimiques ;
- Conditions de malaxage : type de malaxeur, vitesse et durée de malaxage ;
- Conditions de mesure : instruments, procédures expérimentales, température, humidité

1.5.1 Influence du rapport E/L :

Le rapport E/L a une grande influence sur l'écoulement de la PAP. L'augmentation de ce dernier engendre des changements sur les paramètres rhéologiques où le seuil de cisaillement et la viscosité diminuent [Domone et al.1999]. D'autres chercheurs sont venus confirmer cette constatation [Cyr et al.2000 ; Nehdi et Rahman, 2004 ; Yahia et al.2005].

Par ailleurs, l'augmentation du rapport E/L entraîne aussi la diminution de la concentration en solides qui donne une grande fluidité.

L'introduction excessive d'eau provoque l'apparition des phénomènes de ségrégation à l'état frais et la diminution de la résistance mécanique à l'état durci [Utsi et al.2003].

Bouhamou et al [2008] ont étudié l'influence de ce rapport à l'état frais et le rapport fines/ciment = 0,25. Ils ont observé une diminution de 13% et 16% du diamètre d'étalement pour un rapport de E/C = 0,4 en comparant à 0,5 et 0,6. La figure (1.11) montre ces résultats.

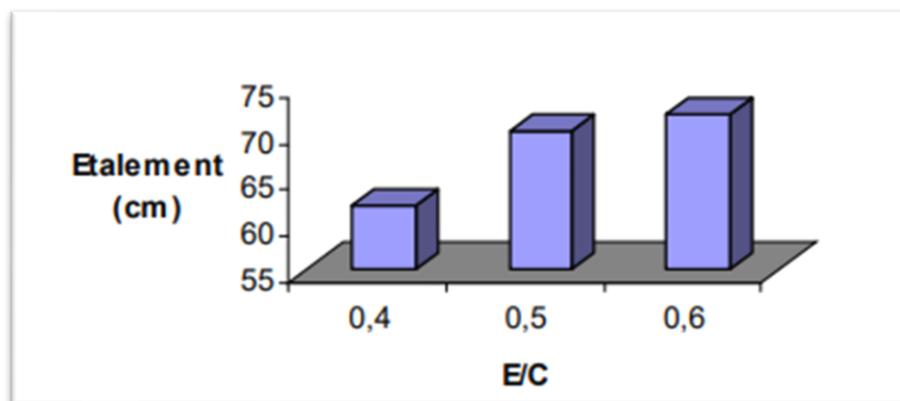


Figure 1.11. L'étalement en fonction du rapport E/C

1.5.2 Influence du ciment :

L'influence du ciment sur les pâtes autoplaçantes dépend principalement de la surface spécifique (la finesse) de ce dernier.

Les études de Lapasin [1979] ont abouti à une relation proportionnelle entre la surface spécifique Blaine du ciment, le seuil de cisaillement et la viscosité pour un rapport E/C constant.

D'autres chercheurs sont venus confirmer ce constat. Ainsi Chen et Kwan [2012] ont étudié l'efficacité de l'addition du ciment très fins (SFC) (de 0% jusqu'à 20 %) sur la rhéologie des pâtes.

Les deux figures suivantes montrent que la viscosité apparente et le seuil de cisaillement des pâtes avec des additions de ciment très fin (surface Blaine 2,4 fois supérieure à celle du OPC) qui ne dépassent pas les 20% conduit à une augmentation des paramètres rhéologiques, ce qui est expliqué par l'augmentation de la cohérence des pâtes cimentaires.

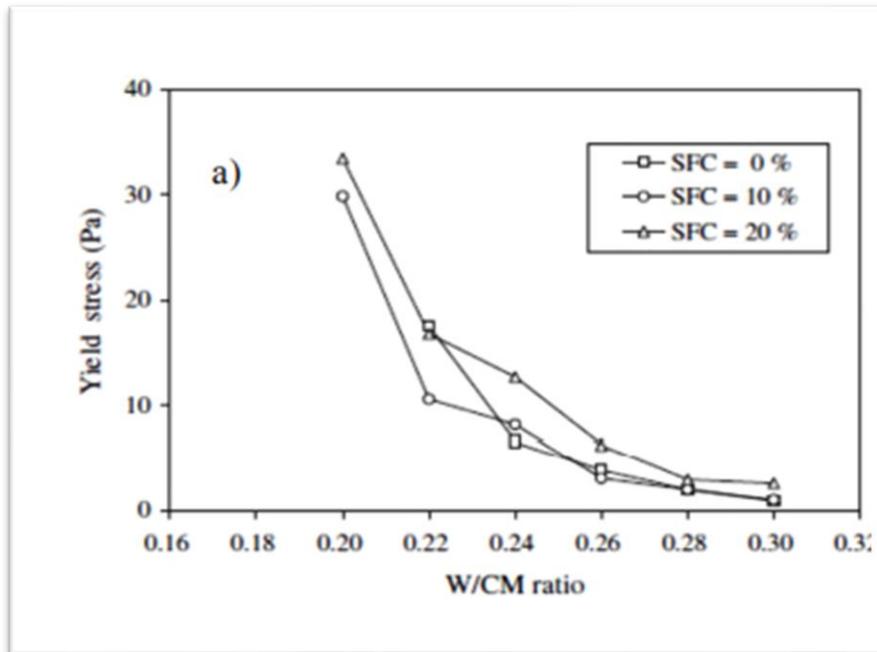


Figure 1.12. Le seuil de cisaillement en fonction du rapport E/C pour différents % de SFC

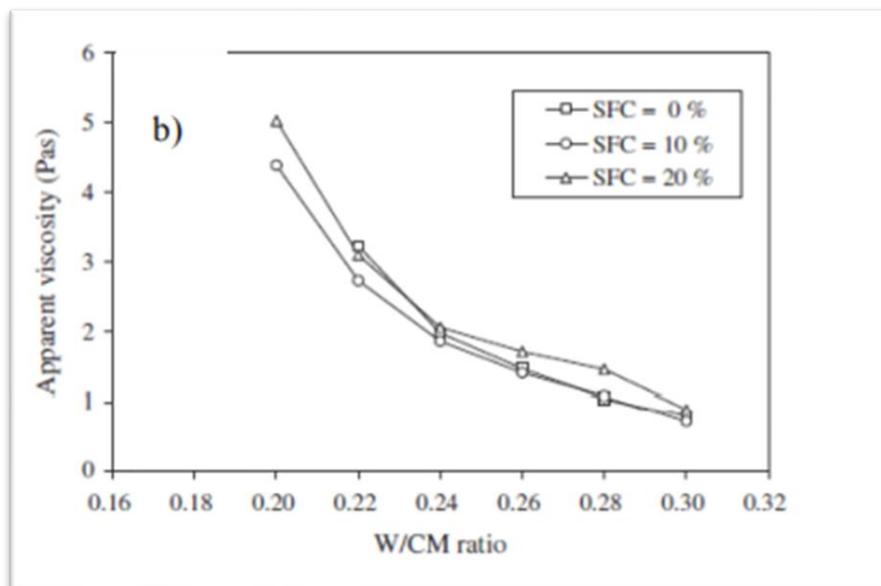


Figure 1.13. Viscosité en fonction du rapport E/C pour différents % de SFC

1.5.3 Influence du superplastifiant:

Le superplastifiant joue un rôle important dans l'élaboration des PAP car c'est l'un des constituants qui donne la fluidité, cependant toute augmentation son dosage, peut entraîner le phénomène de ségrégation. Donc le dosage doit être minutieusement étudié.

Selon Flatt et al [2004], l'action du superplastifiant suit 3 mécanismes dans un mélange :

- Une partie est adsorbée ;
- Une partie est consommée par les réactions avec les hydrates ;
- Une partie reste en solution.

Parmi les recherches, Jianwei et al [2015] ont étudié les propriétés rhéologiques d'une pâte de ciment en comparant deux types de superplastifiant : l'un est un fluidifiant de type polycarboxylate (PCA) et l'autre est un fluidifiant de type naphthalène sulfonate (PNS) tout en fixant le rapport E/C à 0,3 et 0,51.

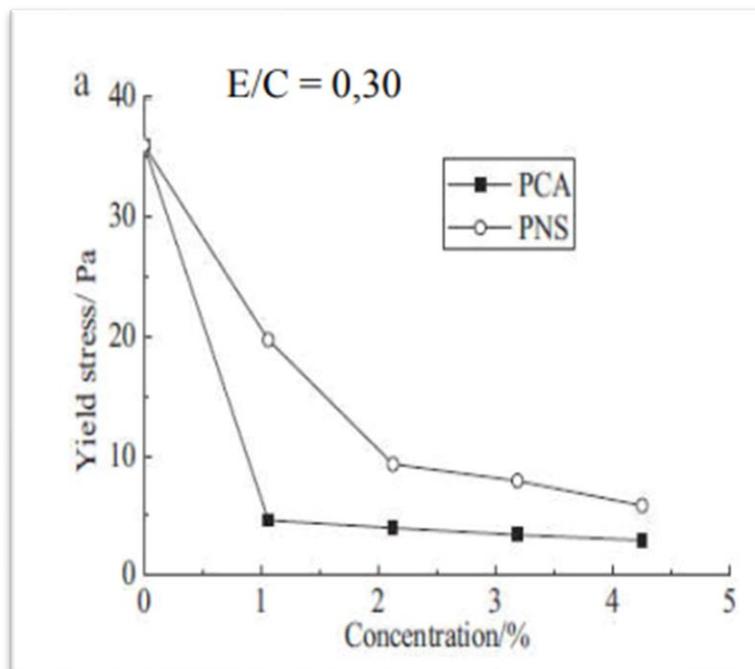


Figure 1.14. Le seuil de cisaillement en fonction du dosage de SP

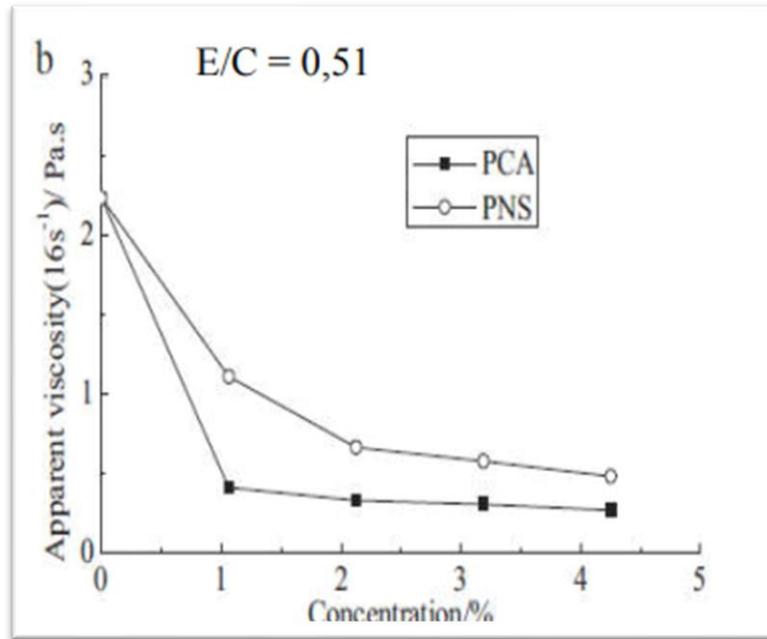


Figure 1.15. La viscosité apparente en fonction du dosage de SP

Le superplastifiant de type PCA est plus efficace pour diminuer le seuil de cisaillement et la viscosité apparente de la pâte que le PNS.

1.5.4 Influence des agents de viscosité :

Les agents de viscosité (AV) sont utilisés afin d’améliorer la cohésion et la stabilité des systèmes cimentaires très fluides [Khayat, 1999]. L’incorporation de l’AV augmente le seuil de cisaillement, la viscosité plastique et les viscosités apparentes. Ce résultat est obtenu pour un faible ou un grand taux de cisaillement, peu importe le rapport E/L et le dosage en SP [Schwarz et al,2007 ; Yahia, 1997].

La figure (1.16) montre clairement que l’augmentation de l’AV dans les pâtes provoque une augmentation systématique de la viscosité apparente pour tous les dosages en SP [Yahia, 1997].

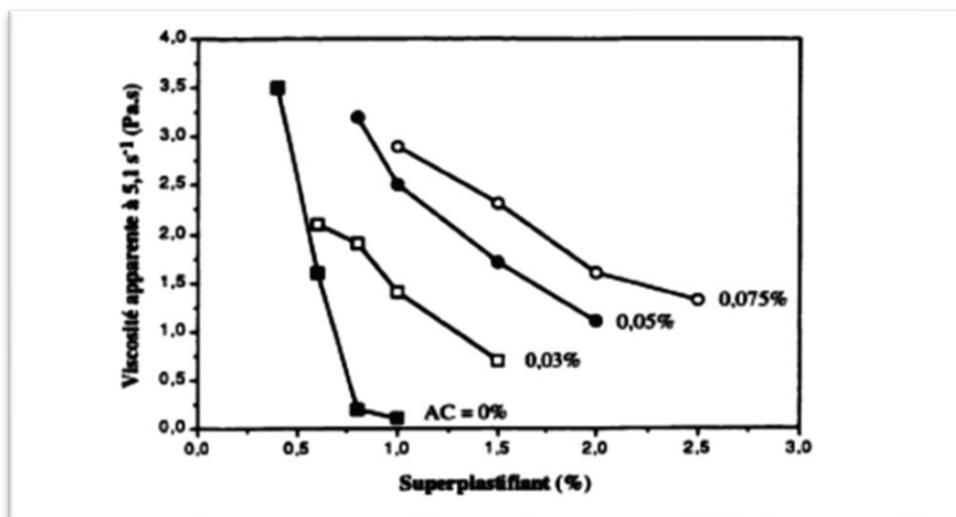


Figure 1.16. La viscosité en fonction du dosage du SP

1.5.5 Influence des additions cimentaires :

Les ajouts cimentaires sont devenus un ingrédient essentiel et indispensable dans l'industrie du béton. Ce sont généralement des coproduits et des sous-produits de procédés industriels. Ils sont incorporés directement dans les centrales à béton lors de la confection des mélanges de béton ou broyés et mélangés conjointement avec le clinker pour produire des liants composés à matrice binaire, ternaire et même quaternaire. L'emploi des ajouts cimentaires contribue à améliorer la durabilité des bétons par leur action pouzzolanique et/ou hydraulique, à limiter l'utilisation des ressources naturelles pour la production de ciment et à réduire la teneur des gaz à effet de serre.

Parmi les additions les plus utilisées en Algérie, citons les fillers calcaires utilisés pour leur disponibilité et leur coût très avantageux.

Plusieurs études ont examiné l'influence des fillers calcaires sur la PAP :

Ainsi Neto et Campitello [2000] ont étudié leur influence sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment et ont conclu que l'augmentation de la teneur en fillers calcaires provoque la réduction du seuil de cisaillement et augmente la viscosité au-delà d'une certaine valeur de la finesse de calcaire.

Sofiane BELLIFA et al [2014] ont abordé l'influence des fillers calcaires sur la porosité et la distribution porale des PAP en formulant des pâtes contenant des fillers calcaires à des dosages différents (10%,15% et 20% de la masse du liant), fixant le rapport $E/L=0.45$ et le superplastifiant dans un intervalle de 0.6% à 1.2% (la recommandation du fabricant). L'étude est réalisée à 7j, 28j et 90j en utilisant le prosimètre au mercure.

Les figures (1.17) et (1.18) montrent que l'addition de fillers calcaires dans les pâtes autoplaçantes permet de :

- Réduit la porosité ;
- Améliore la fluidité ;
- Diminue la résistance à la compression lorsque le dosage augmente.

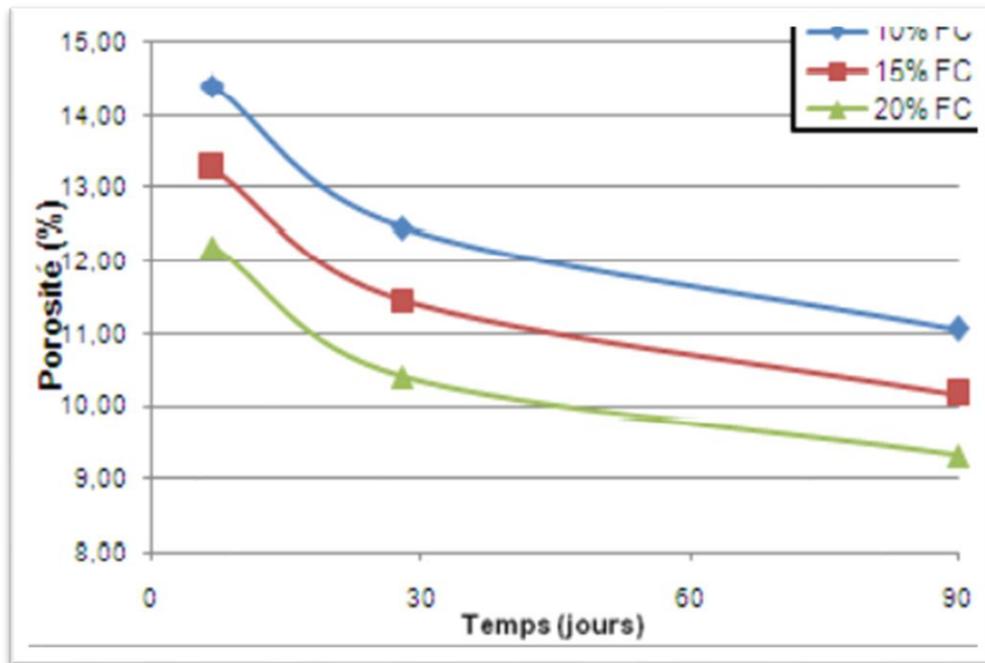


Figure 1.17. La porosité en fonction du temps

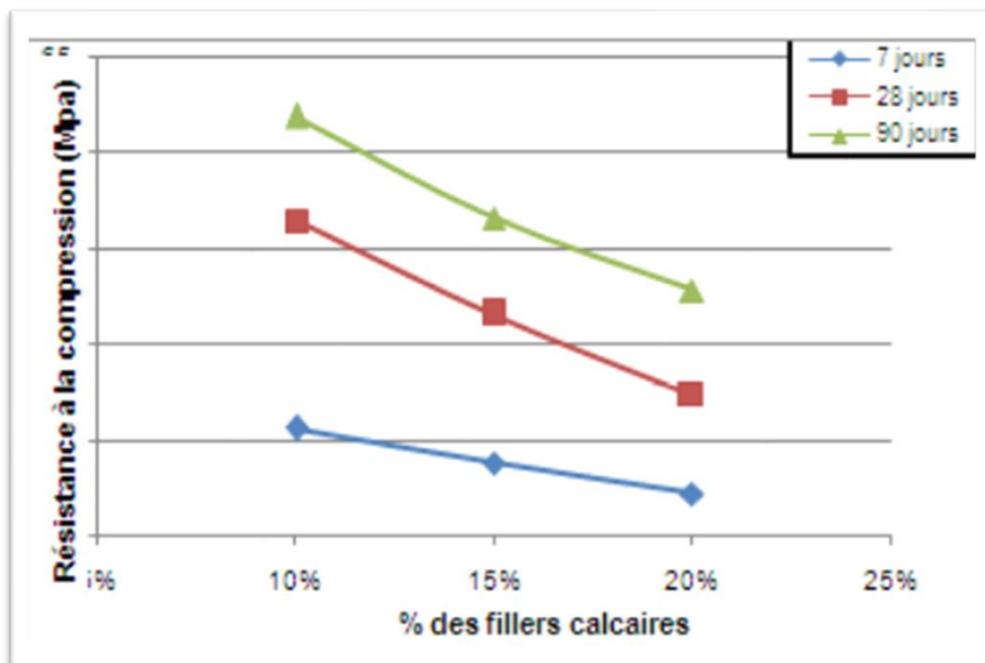


Figure 1.18. La résistance à la compression en fonction du dosage en filler calcaire

1.6 Les principales applications des pâtes autoplaçantes :

La pâte autoplaçante n'est pas dédiée seulement au BAP, elle peut être utilisée dans d'autres emplois, tels que :

- Travaux souterrains ;
- Remplissage de grosses cavités ;
- Injection dans les failles et les grosses fissures des roches fissurées ;
- Calage de voussoirs préfabriqués (dans la réalisation de tunnels) ;
- Voile d'étanchéité dans le sol (cas des barrages) ;
- Consolidation de dalles (support) ;
- Régénération de maçonneries et joints divers ;
- Injection dans le cas de puits de pétrole.

1.7 Conclusion :

Ce chapitre a évoqué les principaux éléments nécessaires à la compréhension et la familiarisation avec la pâte autoplaçante à tout point de vue. Nous avons abordé les différents constituants, leur influence sur la pâte autoplaçante, leurs caractérisations rhéologiques ainsi leur domaine d'application qui est assez large.

L'étude des bétons autoplaçants reste complexe et c'est pour cette raison que notre étude portera sur les pâtes autoplaçantes dont le comportement rhéologique nous donnera une idée sur celui du béton.

Chapitre 02 :

La Poudre de Verre

2.1. Introduction :

Le verre est un matériau solide, non cristallin mais il reste fragile.

Les déchets de verre représentent un pourcentage très important dans la nature, c'est des tonnes chaque année et qui résulte une menace sur l'environnement.

L'optique d'aujourd'hui va vers le recyclage des déchets à 100%, le chapitre présent éclaircira mieux cette optique et il abordera son utilisation et son influence dans le génie civil (BAP et PAP).

2.2. Définition :

La poudre de verre est un ajout cimentaire de couleur blanche, obtenue après la collecte et le broyage (le temps de broyage dépend de la finesse souhaité) de tous types du verre. Ce dernier est recyclable à l'infini.

La poudre de verre améliore le degré d'hydratation du ciment portland.

L'idée de l'utilisation de la poudre de verre dans le béton ou comme ajout cimentaire, est redevenu d'actualité après être abandonné dans les années soixante. Mais depuis une vingtaine d'années elle a fait l'objet de plusieurs recherches.



Figure 2.1. La poudre de verre

2.3. Propriétés du verre :

2.3.1. Propriétés optiques :

La majorité du verre est transparent et ils interagissent avec la lumière.

2.3.2. Propriétés chimiques :

Même très lentement, le verre s'altère au contact d'une solution aqueuse.

2.3.3. Propriétés mécaniques :

Le verre possède un comportement élastique mais une fois cassé, il perdra cette élasticité et il reste un matériau fragile.

2.3.4. Propriétés thermiques :

Le verre est un bon isolant thermique, cette propriété provient de sa chaleur massique et sa dilatation thermique.

2.3.5. Propriétés électriques :

Lorsqu'on chauffe suffisamment le verre, ce dernier devient conducteur d'électricité. Le verre un bon diélectrique et il résiste bien aux forts champs électriques.

2.4. Recyclage du verre :

Le déchet de verre est un déchet produit en grande quantités dans le monde entier et s'il n'est pas recycler, il représentera un problème environnemental majeur.

Il est considéré comme un sous-produit ou il est la source pour la production des géopolymères (polymères inorganiques).

Le problème que rencontre la majorité des pays est le recyclage des verres mixtes ou y aura une variation des propriétés physiques et chimiques à cause de la différence de couleurs du verre et leurs cassures.

Le recyclage des déchets de verre est problématique dans les zones urbaines des pays développés, ce qui a suscité beaucoup d'intérêt pour son utilisation dans le béton ces dernières années [Schwarz et Neithalath, 2008].

Le tableau suivant nous donne une idée sur la quantité des déchets de verre et le pourcentage de recyclage des différents pays.

Tableau 2.1. La quantité des déchets de verre et le pourcentage de recyclage des différents pays.

Pays	Déchet de verre (tonnes)	Taux de recyclage (%)	Année
Etat unis	11500000	27	2010
Canada	116000	68	2009
Singapour	72800	29	2010
Suède	195000 isolés	93	2010
	44000 mixtes	0	
Portugal	493000	25	2001
Turquie	120000	66	2004
Allemagne	3200000	94	2003

En ce qui concerne, l'Algérie ne possède pas des statistiques de recyclage de verre pour le moment mais elle atteint les 41724 tonnes/an de déchets de verre [AND, 2020]. Les opérateurs ne trouvent pas de débouchés pour valoriser les déchets de verre. La tendance pour cette filière est soit le réemploi ou la réutilisation.

2.5. Comportement du verre dans un milieu cimentaire autoplaçant :

Les mélanges qui contiennent de la poudre de verre peuvent se manifester en plusieurs types de comportement selon la granularité.

Une granularité grossière provoque une réaction alcali-silice génératrice de désordre, alors qu'une granularité plus fine provoque une réaction pouzzolanique qui est bénéfique.

2.5.1. Réaction alcali-silice du verre :

Le changement partiel du granulats ou du ciment par le verre dans les mélanges, perfectionne les propriétés mécaniques de ces derniers (résistance à la compression).

Par contre, le dosage de la poudre de verre dans les mélanges est important et il faut l'étudier avant pour ne pas tomber dans le souci de durabilité, car la combinaison des alcalins du ciment avec la silice du verre provoque des gonflements.

La bibliographie a montré que le processus de la réaction alcali-silice en général et des granulats de verre est un phénomène complexe, il est influencé par plusieurs facteurs :

- La taille des grains de verre ;
- Teneur en verre ;
- La porosité et la réaction alcali-silice du verre ;
- Les éléments mineurs et la réaction alcali-silice.

2.5.2. Réaction pouzzolanique du verre :

L'activité pouzzolanique du verre a été estimée par diverses méthodes : les tests mécaniques sur éprouvettes de mortier et béton à base de ciment ou sur des mortiers à base de chaux, ou encore tests chimiques de consommation de chaux notamment par : l'essai Chapelle, L'analyse thermogravimétrique, La diffraction des rayons X ou DRX.

L'indice d'activité est défini comme étant le rapport de la résistance du mélange avec verre à la résistance du mélange témoin, l'indice d'activité influencé par plusieurs facteurs :

- La taille des grains de verre ;
- Teneur en verre ;
- La couleur de verre ;
- La température.

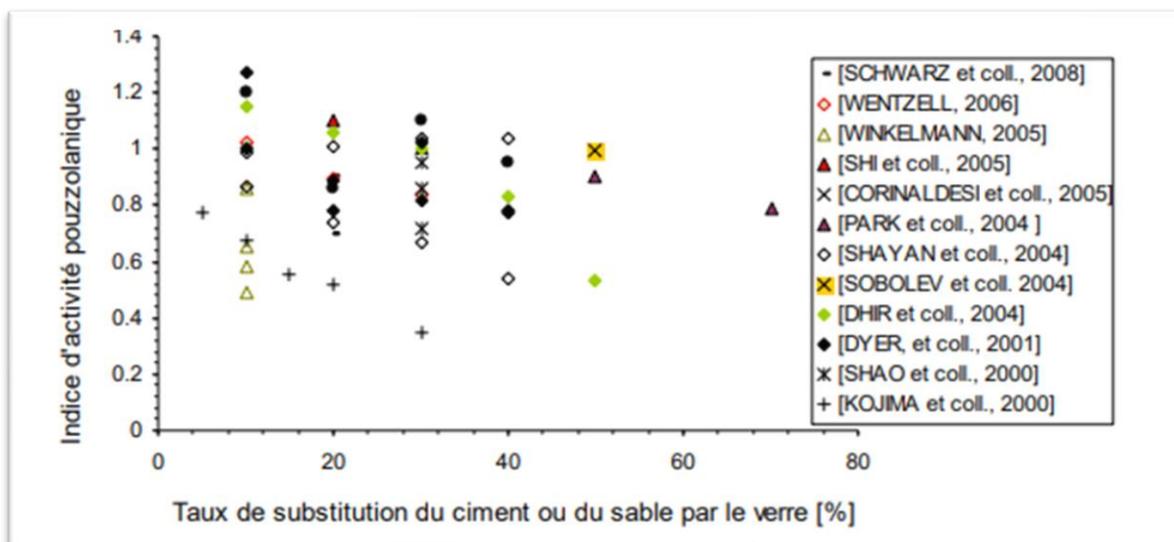
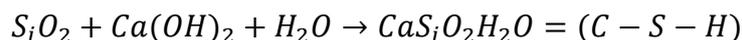


Figure 2.2. Indices d'activité pouzzolanique du verre utilisé dans des conditions

La Figure précédente englobe les résultats de quelques travaux effectués entre les années 2000 et 2008 qui traitent de l'activité pouzzolanique du verre. Il a été difficile, voire impossible, de rassembler des travaux tous faits dans des mêmes conditions. Toutefois les conclusions suivantes se dégagent nettement :

- La taille des grains de verre joue un rôle prépondérant sur l'activité pouzzolanique du verre : plus les grains de verre sont fins, meilleure et son activité pouzzolanique ;
- La résistance des mortiers et bétons diminue à mesure que leur teneur en verre augmente ;
- Le verre de couleur verte et blanche sont les verres qui possèdent la plus faible activité pouzzolanique suivi par celui de la couleur brune ;
- Pour des résistances optimales, il est plus intéressant de substituer le sable que le ciment par le verre ;
- Une température élevée joue un rôle important dans l'activation du verre ;
- Le verre, comparé à d'autres pouzzolanes notamment la cendre volante, développe rapidement son activité pouzzolanique ;
- L'utilisation simultanée d'un verre et d'une pouzzolane en remplacement partiel du ciment pourrait conduire à des synergies intéressantes.

On peut écrire une réaction pouzzolanique sous la forme suivante :



2.6. Comparaison du verre à la cendre volante :

La poudre de verre et la cendre volante sont toutes les deux des ajouts cimentaires très utilisées dans l'industrie du ciment ou bien dans la fabrication du béton.

Mais leur comportement diffère vis-à-vis de la résistance, en raison de leur vitesse de réaction. Celle de la PV est plus rapide de celle de la CV et aussi dans la poudre de verre les alcalis sont disponibles plus rapidement et en grande quantité par rapport à la cendre volante.

Les recherches de SHAO et COLL [2000] ont montré avec 30% de PV remplaçant le ciment dans les bétons ont obtenus une meilleure résistance à la compression par rapport à celle fabriqué avec de la CV. et les travaux de SHI et COLL [2005] ont confirmés ce comportement, de la résistance des mortiers avec 20% de PV est plus importante que celle des mortiers avec de la CV au bout de 3 jours de cure seulement.

2.7. L'influence de l'utilisation de la poudre de verre dans les BAP :

La finesse de mouture (total des aires dans tous les grains contenus dans une quantité unité) est l'un des principaux facteurs qui joue sur l'ouvrabilité du béton.

Ablam ZIDOL [2009] a analysé l'effet de la finesse de la poudre de verre sur les performances mécaniques des bétons ordinaires, à hautes performances et aussi les autoplaçants, et il a conclu les points suivants pour les BAP :

- Pour une ouvrabilité acceptable, il faut une finesse de la PV semblable à celle du ciment ;
- Avec un $E/C=0.4$ et 20% de PV, on aura 32% de diminution du seuil de cisaillement et 21% de la viscosité plastique par rapport à un béton témoin ;
- Le dosage du SP diminue lorsque le pourcentage de remplacement du ciment par la PV augmente ;
- Pour maintenir la stabilité, il est préférable d'avoir finesse de PV supérieure à celle du ciment ;
- La PV n'a pas d'influence à jeune âge ;
- La résistance à la compression augmente avec l'augmentation de la teneur en PV entre 28 et 91 jours.

Et parmi les chercheurs qui ont travaillé sur la poudre de verre, il y a Schwarz et coll [2007,2008a,2008b] et ils ont aboutis aux conclusions suivantes :

- La PV diminue la porosité ;
- La PV augmente l'affaissement et diminue la teneur en air par rapport à un béton témoin (100% ciment) pour un rapport de $E/C=0.4$;
- L'incorporation de la PV permet la réduction de l'interconnectivité des pores plus au moins proportionnels aux taux de substitutions par la poudre.

Autrement dit, la poudre de verre permet aux BAP :

- L'amélioration des performances ;
- L'amélioration de la durabilité ;
- La perméabilité aux ions chlorure.

2.8. Domaine d'application du verre dans le Génie Civil :

Il est utilisé dans :

- **Les routes :**
 - Glasphalt : c'est des déchets de verre qui remplacent le gravier ou les petits cailloux dans les routes (en Amérique, ils ont eu un grand succès).
 - Matériaux de réparation : c'est un mélange de verre usé, l'huile et le ciment. Ce dernier est destiné aux trous de la route et les ébauches de forage au-dessus de la route.
 - Trottoirs et pavés : Construit à l'aide de mélange de béton avec la poudre de verre en remplaçant le ciment.



Figure 2.3. Trottoir réalisé avec de la PV

- **Les bâtiments :**
 - Terrazzo : c'est un mélange de particule de verre, marbre et ciment portland. Il est utilisé pour les revêtements.



Figure 2.4. Différent modèles du Terrazzo

- Briques et tuiles en verre : C'est un mélange de verre avec un matériau en caoutchouc à faible densité avec l'ajout des substances chimiques pour la résistance à la température.



Figure 2.5. Tuile en verre



Figure 2.6. Brique en verre

2.9. Les avantages d'utilisation de la poudre de verre :

L'utilisation de la poudre de verre dans notre domaine a beaucoup d'avantages sur les plans économiques, environnemental et écologiques. On peut citer :

- La diminution des déchets de verre qui donne un environnement plus sain ;
- Accroître la durée de vie des sites de décharge ;

- Diminue l'utilisation du ciment qui engendre la diminution des émissions de gaz à effet de serre ;
- Diminution des polluants atmosphériques (CO₂, les oxydes d'azote...) ;
- Elle représente un coût réduit.

2.10. Conclusion :

La poudre de verre reste une source à développer plus dans le domaine de construction car elle diminue le coût de production du ciment, les émissions de gaz à effet de serre et elle joue un rôle important sur l'environnement où le déchet de verre à une nature non biodégradable.

L'utilisation de la poudre de verre influe fortement sur le comportement mécanique quelle que soit la pâte de ciment, mortier ou béton. Tout en prenant en compte sa finesse et son pourcentage.

Chapitre 03 :
Introduction aux Plans d'Expériences

3.1. Introduction :

L'apparition des « plans d'expériences » a révolutionné le planning des expériences, le principe consiste à faire varier tous les facteurs en même temps, au lieu de faire varier un seul élément ou facteur à la fois, sur les bases de données statistiques qui garantissent précision et optimalité. De la sorte, ils constituent un instrument bien adapté à la recherche chaque fois qu'intervient un grand nombre de paramètres. Ils permettent de réduire le nombre d'essais, de gagner du temps et de l'argent, tout en parvenant à un résultat encore mieux assuré. Donc, un plan d'expériences est une planification de l'ensemble des expériences d'un problème multiparamétrique. Son objectif principal est de réduire au minimum le nombre d'essais expérimentaux par rapport à une approche classique, et d'en assurer une meilleure qualité de résultats sinon identique. En plus de cela, ils permettent la modélisation mathématique à l'aide d'une simple régression linéaire multiple.

Les premiers pas de la méthode des plans d'expériences remontent aux travaux de Fisher en 1925 où il proposa une technique qui organise et prend en charge la variation de toutes les variables d'une expérience en même temps. Seulement, à cause de son aspect trop théorique, elle n'eut point le mérite qu'elle devait recevoir. Il a fallu attendre les travaux de G. Taguchi au Japon pour que la méthode des plans d'expériences ait tout l'essor qu'elle connaît aujourd'hui. Sa contribution majeure a consisté à combiner les techniques de l'ingénierie et des statistiques pour obtenir une amélioration rapide des coûts et de la qualité, en recherchant une optimisation au niveau de la conception du produit et des processus de fabrication. La méthode de Taguchi (plan d'expériences) a été introduite aux Etats-Unis dès 1980, avec comme pionnier Ford Motor Company et Xerox. Les plans d'expériences de Taguchi ont contribué au succès des Japonais dans le domaine de la qualité, ce qui leur a permis de devenir les leaders mondiaux au niveau de la qualité tout en ayant des prix de revient compétitifs [Baron, 1999 ; Kaoua, 2008].

3.2. Terminologie :

3.2.1. Facteurs :

Il est désigné sous le nom de facteurs les paramètres susceptibles d'influencer les réponses et qu'il est possible de faire varier. La construction des plans d'expériences et l'interprétation des résultats dépend en grande partie du choix des facteurs. Ces facteurs peuvent être mesurables (quantitatif) ou qualitatif. Un même plan peut contenir des facteurs qualitatifs et quantitatifs. Ils sont notés X_i et ils parcourent un domaine de variation borné. Ces bornes sont appelées des niveaux. Généralement, il est attribué à chaque facteur au moins deux niveaux, un niveau supérieur et un niveau inférieur. Pour des raisons pratiques, il est souhaitable d'affecter la valeur -1 au niveau inférieur d'un facteur et la valeur +1 à son niveau supérieur. Le fait d'attribuer ces valeurs aux niveaux de facteurs revient à réaliser un changement d'unité de mesure et un changement d'origine qui permet de traiter tous les facteurs de la même manière. Les variables sont alors qualifiées de variables réduites.

3.2.2. Domaine expérimental :

Le domaine de l'étude est un espace de k dimensions, délimité par le niveau de chacun des facteurs.

Il est constitué d'un ensemble de points expérimentaux représentant les différentes valeurs de combinaisons possibles entre les facteurs. Le modèle mathématique résultant du calcul de la régression ne s'applique qu'à l'intérieur du domaine et sur ses frontières.

3.2.3. Réponse :

Les réponses correspondent aux propriétés à mesurer pour des valeurs des facteurs X_i bien déterminées. Chaque réponse est le résultat d'une ou souvent de plusieurs expériences. A préciser que les réponses sont désignées par Y_j .

Sous une forme mathématique, on peut écrire que la grandeur d'intérêt, autrement dit la réponse, en fonction de plusieurs facteurs X_i :

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_k) \quad (1)$$

L'étude du phénomène se ramène à déterminer la fonction f qui lie la réponse Y aux différentes variables X_1, X_2, \dots, X_k .

3.2.4. Modélisation :

La fonction f de l'équation (1), est trop générale et il est d'usage d'en prendre une forme polynomiale linéaire en utilisant la régression linéaire multiple qui se base sur la méthode des moindres carrés. La fonction prendra la forme du polynôme suivant :

$$Y_j = a_0 + \sum_{i=1}^k a_i X_i + \sum_{ij} a_{ij} X_i X_j + \sum_{ijl} a_{ijl} X_i X_j X_l$$

Ce polynôme peut être écrit sous forme matricielle, comme suit :

$$\{Y\} = [X] * \{a\}$$

Où :

Y_i : est la réponse ;

X_i : représente un niveau de facteur i ;

X_j : représente un niveau de facteur j ;

X_l : représente un niveau de facteur l ;

$a_0, a_i, a_{ij}, a_{ijl}$: sont les coefficients du polynôme. Leurs déterminations se fait par la résolution du système matricielle $\{Y\} = [X]*\{a\}$;

Un coefficient représente à la fois l'effet de facteur et aussi l'interaction entre les facteurs.

- L'effet de facteur a_i : définit la comparaison entre les valeurs prises par la réponse lorsque le facteur bascule du niveau bas au niveau haut. Il peut être positif si la réponse augmente en fonction de la variation du facteur, négatif si la réponse décroît en fonction de la variation du facteur, sinon il est nul.
- L'effet de l'interaction a_{ij} : définit la dépendance entre les facteurs (interaction) influant sur la valeur de la réponse.

3.3. Les différents types de plan d'expériences :

3.3.1. Plan factoriel complet:

Pour un plan factoriel complet à plusieurs facteurs et à deux niveaux chacun (souvent appelés bas et haut), l'étude se fait dans le même domaine d'étude, il traite essentiellement un nombre de combinaison qui est égale à 2^k essais.

Les plans factoriels complets à deux niveaux permettent essentiellement de repérer les facteurs et les interactions influents sur la grandeur mesurée (la réponse). Ils ouvrent la voie à des plans complémentaires permettant une modélisation mathématique de la réponse dans le domaine d'étude.

Le plan factoriel permet d'identifier un modèle mathématique exprimé en équation. Il se présente sous la forme d'une équation polynômiale du premier degré, dont voici l'expression :

$$y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + \dots + a_kX_k + a_{12}X_1X_2 + a_{(k-1)k}X_{k-1}X_k + a_{1-k}X_1X_2 \dots X_k$$

Avec :

a_0 : La moyenne des réponses

a_i : L'effet de facteur X_i

a_{ij} : L'effet d'interaction entre les facteurs X_i et X_j

3.3.2. Plan factoriel fractionnaire:

Les plans fractionnaires sont des plans optimaux orthogonaux qui se focalisent sur les effets les plus intéressants, [N. Boudaoud, 2002].

Comme c'est mentionné auparavant, un plan fractionnaire complet perd son efficacité en augmentant le nombre de facteur. L'élaboration devienne très complexe par exemple dans le but d'étudier l'influence de six facteurs il va falloir effectuer 2^6 essais ce qui fait 64 combinaisons c'est impossible vu le temps et les matériaux.

C'est pour cela, que le plan factoriel fractionnaire s'est présenté dans le but d'assurer l'efficacité de l'expérimentation tout en réduisant le nombre d'essais. Son principe consiste à éliminer les interactions qui ne représentent aucun intérêt pour le chercheur et garder les effets principaux et les interactions essentielles [C. HOINARD, 2005].

Un plan factoriel fractionnaire est un plan factoriel incomplet, tel que pour un plan à deux niveaux et k facteurs le nombre d'essais est inférieur à 2^k essais, c'est-à-dire le nombre des expériences réalisables égal à 2^{k-p} essais [Goupy,1996 ; Box,1987 ; Vivier ,1950].

Cette réduction est faite tout en réalisant les 2^{k-p} essais, ainsi les facteurs qui correspondents aux essais restants, seront codés et deviennent des facteurs générateurs qui ont pour but de représenter les produits de facteurs et n'augmentent donc pas le nombre de combinaisons à réaliser.

L'élimination des facteurs ne se fait pas à l'hasardement, mais il va falloir les sélectionner selon des exigences en obéissant à des règles d'organisation [C. HOINARD,2008].

Pour mieux programmer un plan fractionnaire, la suivie des étapes ci-dessous est nécessaire :

- Sélectionner un plan factoriel complet de base à $N = 2^k$ combinaisons ;
- Détermination du nombre d'essais admissibles $N = 2^{k-p}$ avec $0 < p < k$;
- Recherche des meilleurs facteurs générateurs indépendants ;
- Déduction des coefficients.

3.3.3. Plan de mélanges:

Un Plan de mélange est une forme particulière de plan d'expériences, c'est un plan d'expériences utilisé dans l'étude des produits à plusieurs constituants, il permet de fournir un maximum d'informations avec un nombre d'essai réduit, de faire varier l'ensemble des paramètres à la fois, d'offrir la possibilité d'évaluer les effets des interactions entre ces paramètres et d'avoir une meilleure précision des résultats.

Le mélange est un composant à plusieurs constituants, dont sa teneur dépend des proportions de tous les constituants influençant sur la réponse, tout en satisfaisant la contrainte fondamentale suivante :

$$\sum_{i=1}^k x_i = 1 : \text{la somme des teneurs des constituants en unité.}$$

$$\sum_{i=1}^k x_i = 100\% : \text{la somme des teneurs des constituants exprimée en pourcentage.}$$

3.3.3.1. Les différentes représentations géométriques de plan de mélange :

La représentation géométrique des plans de mélanges, se diffère d'un modèle à un tout en fonction des données initiales du plan, ça concerne le nombre de facteurs ainsi le nombre de niveaux.

- **Mélange à deux facteurs :**

Un plan de mélange à deux constituants est représenté par un plan cartésien orthogonal.

L'axe Ox_1 représente les différentes proportions du premier facteur ; et l'axe Ox_2 représente les différentes proportions du deuxième facteur, tel que la variation des proportions des deux facteurs est de 0 à 1.

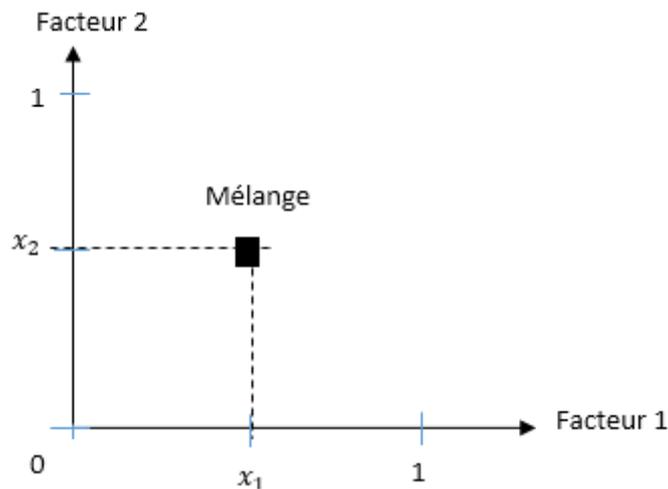


Figure 3.1. Représentation géométrique d'un mélange à deux facteurs

- **Mélange à trois facteurs :**

Dans le cas d'un mélange à $k = 3$ composants, la représentation de son plan est sous forme d'un triangle équilatéral. Ces mélanges sont appelés des mélanges ternaires [Goupy, 2006].

Les sommets du triangle représentent les produits purs, c'est-à-dire le mélange est constitué d'un seul constituant. Ainsi les mélanges binaires sont représentés sur les côtés du triangle.

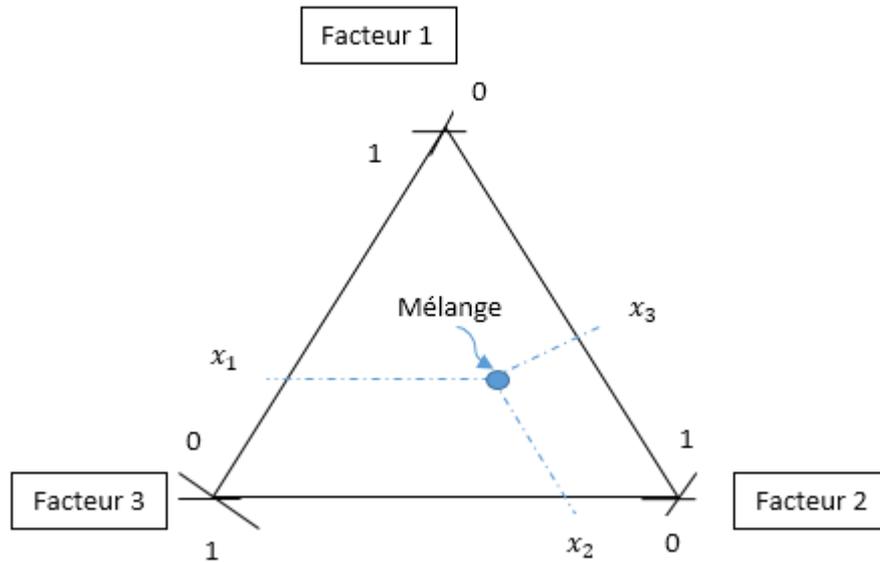


Figure 3.2. Représentation géométrique d'un mélange à 3 facteurs

- Mélange à quatre facteurs :

La représentation des mélanges à quatre constituants est un tétraèdre régulier. Tel que les produits purs sont présentés sur les sommets ; les mélanges binaires par les côtés du tétraèdre ainsi les mélanges ternaires sont représentés par les faces qui sont des triangles équilatéraux.

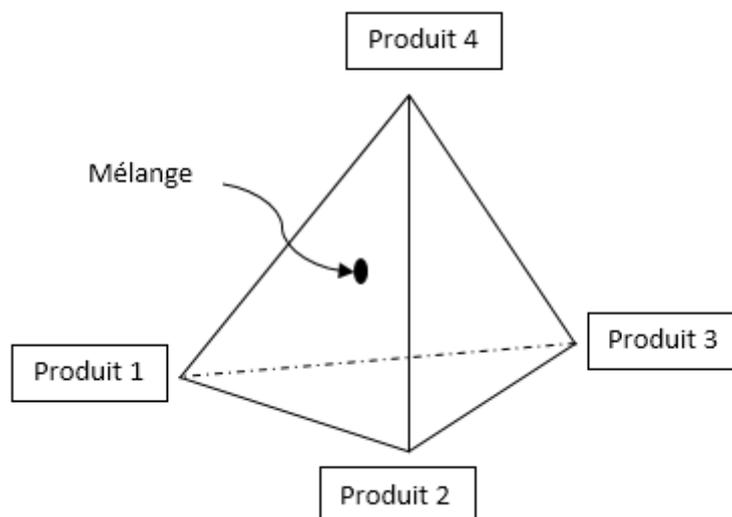


Figure 3.3. Représentation géométrique d'un mélange à 4 facteurs

- Mélange à $k > 4$ facteurs :

S'il y a plus de quatre constituants, il faut faire appel à des hyper-polyèdres réguliers, mais à la base la réalisation géométrique d'un plan de mélange à un nombre de facteur très élevé ($k > 4$) semble quasiment impossible, en revanche il est de préférable de le représenté sous forme tableau [Goupy, 2006].

3.3.3.2. Modèles mathématiques :

Il existe plusieurs modèles mathématiques pour représenter les différentes fonctions notant que les propriétés d'une réponse (Y) dépendent de celles des facteurs (Xi), pour cela et selon la complexité de l'expérience, l'expérimentateur peut choisir un modèle polynomial de différents degrés.

Les modèles des plans mélanges sont basés sur les différents modèles des plans factoriels, alors en partant des modèles factoriels ; les modèles des plans de mélanges deviennent :

- **Modèle polynomial du premier degré à n coefficients :**

Pour un plan à deux niveaux et 3 facteurs :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3$$

Dans le plan de mélanges les constituants sont dépendants, il faut tenir compte de la contrainte fondamentale :

$$x_1 + x_2 + x_3 = 1$$

Alors :

$$y = a_0(x_1 + x_2 + x_3) + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3$$

En regroupement les coefficients :

$$y = (a_0 + a_1)x_1 + (a_0 + a_2)x_2 + (a_0 + a_3)x_3$$

Pour un changement de notation :

$$\begin{cases} a_0 + a_1 = b_1 \\ a_0 + a_2 = b_2 \\ a_0 + a_3 = b_3 \end{cases}$$

Le modèle est alors le suivant :

$$y = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$$

Il n'y a pas de terme constant. Cette disparition est la conséquence directe de la contrainte fondamentale des mélanges (les facteurs ne sont pas indépendants) [Goupy, 2006].

De manière générale, le modèle polynomial du premier degré d'un plan de mélange s'écrit sous la forme suivante :

$$y = b_1x_1 + b_2x_2 + \dots + b_nx_n$$

- **Modèle polynomial du second degré (quadratique) à $[n + n(n-1)/2]$ coefficients :**

N.B : le nombre de coefficient pour un modèle polynomial à 2DDL est égal à :

$$\text{nmbr de coefficient} = \left[n + n \frac{n-1}{2} \right];$$

Avec : n représente le nombre de facteurs à étudier

Pour un plan à deux niveaux et 2 facteurs :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2$$

En introduisant la contrainte suivante :

$$x_1 + x_2 = 1 \rightarrow x_1 = 1 - x_2$$

$$x_1 * x_1 = x_1(1 - x_2)$$

$$\rightarrow x_1^2 = x_1 - x_1x_2$$

De même pour le deuxième facteur :

$$\rightarrow x_2^2 = x_2 - x_2x_1$$

Remarque : le terme carré est converti en un terme du premier degré et en un terme rectangle. Les termes carrés disparaissent donc de la relation initiale [Goupy, 2006].

$$y = a_0(x_1 + x_2) + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{12}(x_1 - x_1x_2) + a_{21}(x_2 - x_2x_1)$$

Après avoir simplifié le modèle au-dessus, et en lui adoptants des notations, le modèle du second degré pour un plan à deux niveaux et 2 facteurs est sous la forme polynomiale suivante :

$$y = b_1x_1 + b_2x_2 + b_{12}x_1x_2$$

De manière générale, le modèle polynomial du second degré à $[n + n(n-1)/2]$ coefficients :

$$y = b_1x_1 + b_2x_2 + \dots + b_nx_n + b_{12}x_1x_2 + b_{23}x_2x_3 + \dots + b_{(n-1)n}x_{(n-1)}x_n$$

- **Modèle polynomial du troisième degré (cubique réduit) à $[n + n(n-1)(n-2)/6]$ coefficients :**

N.B : le nombre de coefficient pour un modèle polynomial à 2DDL est égal à :

$$\text{nmbr de coefficient} = \left[n + n \frac{(n-1)(n-2)}{6} \right];$$

Avec : n représente le nombre de facteurs à étudier

Le modèle polynomial de degré 3, est l'une des propriétés du plan de mélange, obtenu de la même façon dont les modèles précédents ont été déterminés.

$$y = b_1x_1 + b_2x_2 + \dots + b_nx_n + b_{12}x_1x_2 + b_{23}x_2x_3 + \dots + b_{(n-1)n}x_{(n-1)}x_n + b_{123}x_1x_2x_3 + \dots + b_{(n-2)(n-1)n}x_{(n-2)}x_{(n-1)}x_n$$

3.4. Notions de statistique appliquées aux plans d'expériences :

L'analyse des résultats est facilitée par l'application de la méthode des « plans d'expériences » [Creighton, 2005 ; Goupy, 2006 ; Meddahi, 2002]. Grâce aux ordinateurs et aux logiciels de construction des plans d'expériences, en l'occurrence le logiciel Mini Tab, les calculs nécessaires à leur interprétation sont devenus très simples. La connaissance de quelques réponses relatives aux points expérimentaux retenus, permet l'interpolation à l'aide d'un modèle mathématique à tout le domaine expérimental. Néanmoins, deux compléments doivent être apportés au modèle purement mathématique.

Le premier complément est le manque d'ajustement. Cette expression traduit le fait que le modèle choisi est probablement un peu différent du modèle réel qui régit le phénomène étudié. Il y a un écart entre ces deux modèles. Le second complément est la prise en compte de la nature aléatoire de la réponse. Il s'agit de la dispersion des résultats. La dispersion ainsi constatée est appelée erreur aléatoire, notée par ϵ . A la fin du plan d'expériences, il y a un système de n équations (nombre des essais) à p inconnus (coefficient du modèle). Ce système s'écrit en notation matricielle comme suit :

$$\{Y\} = [X] * \{a\} + \{e\}$$

Où :

$\{Y\}$: Le vecteur de réponse ;

$[X]$: La matrice de calcul des coefficients englobant les niveaux des facteurs ;

$\{a\}$: Le vecteur des coefficients du polynôme ;

$\{e\}$: Le vecteur des écarts tenant compte de l'ajustement du modèle et la dispersion des réponses.

Les plans expérimentaux permettent d'évaluer l'influence des facteurs et de leurs interactions par l'intermédiaire des coefficients du modèle mathématique. Il faut disposer d'un étalon pour les comparer et indiquer ceux qui doivent être conservés et ceux qui peuvent être éliminés du modèle mathématique final. Il faut une évaluation de l'incertitude qui leur est attachée. Deux sources d'erreurs, déjà citées, peuvent les affecter : erreur expérimentale et le manque d'ajustement du modèle. L'incertitude est constituée de ces deux erreurs. Le recours à la statistique permet de surmonter cet obstacle en exploitant la notion de l'écart type qui sert d'étalon pour évaluer l'importance d'une grandeur aléatoire. En effet l'écart type permet de calculer la P-value qui mesure la probabilité qu'un événement soit rare.

En langage courant de cette méthode des plans d'expériences, le calcul statistique permet de savoir si les effets (coefficients du modèle) sont significatifs, de calculer les intervalles de confiance ou de valider le modèle. Ceci fait intervenir d'une part les résidus e_i , c'est-à-dire la différence entre la valeur expérimentale et la valeur prédite par le modèle et d'autre part, l'estimation de la variance commune des résidus. Cette variance est donnée par la relation suivante :

$$s^2 = \frac{1}{n-p} \sum e_i^2$$

Où :

n : nombre d'expériences réalisées ;

p : nombre des coefficients du modèle ;

e_i : Résidus égal à $(y_{\text{mesurée}} - y_{\text{calculée}})$.

Dans ces conditions, tous les effets ont la même variance donnée par :

$$s_i^2 = \frac{s^2}{n}$$

Il est important de préciser que la réalisation d'un plan factoriel complet, par exemple, avec tous les effets ne permet pas le calcul de s^2 puisque $n=p$. A titre d'exemple, un plan 2^3 conduit à 8 expériences et 8 effets dont 3 correspondent aux facteurs, 3 pour les interactions d'ordre 2 et enfin 1 effet pour l'interaction d'ordre 3. C'est pour cela que, dans la pratique, il est d'usage de négliger les interactions d'ordre élevé.

Ce moyen statistique permet l'évaluation de l'importance d'un coefficient qui sera comparé à son écart-type en faisant le rapport : $t_i = \frac{|a_i|}{s_i}$. Ce rapport est appelé le test de Student à partir duquel il est possible d'évaluer la probabilité que le coefficient soit significatif ou non. On utilise alors une table de Student à ϑ (égal à $n-p$) degrés de liberté tout en choisissant le niveau de risque α (généralement pris à 5 ou à 10%), ce qui fournira la valeur $t_{\text{critique}}(\alpha, \vartheta)$. La règle du test est alors la suivante :

- Si $t_i > t_{\text{critique}}(\alpha, \vartheta)$, le coefficient est significatif et donc retenu dans le modèle ;
- Si $t_i < t_{\text{critique}}(\alpha, \vartheta)$, le coefficient est statistiquement non significatif et donc non retenu dans le modèle.

L'utilisation de logiciels facilite l'accès à cette information sans passer par tous les calculs laborieux qui s'y attachent. Cette probabilité est en réalité la P-value noté P par le logiciel

Mini Tab17. Si elle est proche de 0 (probabilité nulle), le coefficient est influent. Si elle est proche de 0.1, le coefficient est proche de 0 et donc négligeable.

Par ailleurs, l'analyse de la variance permet de calculer un paramètre de corrélation très utile : le R^2 . Ce paramètre est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées Y_i^* (corrigées à la moyenne) à la somme des carrés des réponses mesurées, Y_i (corrigées à la moyenne). Si le modèle retrouve exactement la valeur des réponses mesurées, la somme des carrés des réponses calculées est égale à la somme des carrés des réponses mesurées. Le R^2 est donc égal à 1. Il est une mesure de la qualité du modèle. Plus il est proche de 1, mieux le modèle retrouve les valeurs mesurées.

Le carré du coefficient de corrélation multiple R^2 se calcule comme suit :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (Y_i^* - Y_{moy})^2}{\sum_{i=1}^N (Y_i - Y_{moy})^2} = \text{Corr}^2(Y_i, Y_i^*)$$

3.5. Conclusion :

Dans ce chapitre, il y a eu lieu au traitement des plans factoriels complet ; les plans factoriels fractionnaires ; ainsi que les plans de mélange.

Les plans d'expériences offrent une simple et efficace méthodologie pour réduire le coût et augmenter la puissance des études expérimentales effectuées lors de la réalisation ou la variation d'un produit. Les plans d'expériences, assurent le bon déroulement des expériences. La méthode des plans d'expériences apporte un programme menant à résoudre les problèmes d'optimisation.

Cette méthode consiste à organiser la démarche expérimentale et l'analyse décisionnelle en appliquant des règles rigoureuses basées sur l'exploitation des propriétés algébriques et statistiques des modèles décrivant les expériences.

Un plan est dit factoriel, quand dans une même expérimentation il est étudié plusieurs facteurs dont les niveaux sont croisés. Il est dit complet si tous les croisements possibles figurent dans l'expérimentation, fractionnaire dans le cas contraire.

Un plan composite centré est utilisé pour étudier les cas complexes tel qu'un modèle quadratique, et le plan de mélange est applicable dans le but d'élaborer un mélange à plusieurs facteurs (constituants).

Un plan est dit factoriel quand, dans une même expérimentation, il est étudié plusieurs facteurs dont les niveaux sont croisés. Il est dit complet si tous les croisements possibles figurent dans l'expérimentation, fractionnaire dans le cas contraire. Le plan de mélange est applicable dans le but d'élaborer un mélange à plusieurs facteurs (constituants).

Partie 02 : Partie Expérimentale

Chapitre 04 :

Matériaux et Matériels

4.1. Introduction :

Dans tous les domaines, chaque expérience à ces matériaux et matériels spécifiques. Ce présent chapitre va définir les matériaux utilisés dans notre étude de formulation des pâtes autoplaçantes. Ainsi le matériel employé.

La pâte autoplaçante (PAP) elle-même est un mélange de différents constituants à deux phases, phase liquide (E+SP), et une phase solide (C+PV), Et aussi de constituants insolubles et non visibles tels que la pouzzolane naturelle ajoutée au clinker lors du broyage et l'extrait sec du superplastifiant (déterminé par le fabricant) [Mebrrouki et al, 2008]. D'où les propriétés physico-chimiques de la pâte proviennent.

Actuellement, tous ces matériaux font l'objet de nombreuses recherches visant à en améliorer les performances mécaniques, dans le but de formuler une pâte autoplaçante optimale.

4.2. Matériaux :

4.2.1. Le ciment:

Le ciment utilisé pour l'ensemble des compositions est un ciment portland composé (CEM II-A - 42,5N) obtenu par le mélange finement broyé de clinker et d'ajouts de calcaire et quelques constituants secondaires, provenant de la cimenterie d'El Meftah W.Blida.



Figure 4.1. Ciment utilisé

D'après la fiche technique donnée par le Groupement Industriel des Ciments d'Algérie (GICA), les caractéristiques de CEM type 42.5N sont les suivantes :

Tableau 4.1. Caractéristiques du ciment

Caractéristiques massiques	Masse volumique =3060 (Kg/m ³) SSB=3700 (cm ² /g)
Caractéristiques physiques	Temps de prise ≥ 60min Temps de stabilité ≤ 10min
Caractéristiques mécaniques	$R_{c2j} \geq 10\left(\frac{N}{mm^2}\right)$ $42.5\left(\frac{N}{mm^2}\right) \leq R_{c28} \leq 62.5\left(\frac{N}{mm^2}\right)$
Caractéristiques chimiques	Teneur en sulfates (SO ₃) ≤ 3.5% Teneur en Chlorures (Cl) ≤ 0.10%

4.2.2. La poudre de verre :

La poudre de verre utilisée dans notre projet est obtenue après un broyage de 15 h dans le broyeur LOS Angeles. Nous avons utilisé la poudre de verre restante de l'année dernière et nous l'avons broyé de nouveau pour obtenir la finesse souhaitée, en premier lieu nous avons utilisé le broyeur mécanique appelé Broyeur Planétaire à Billes qui n'était pas très efficace vu la quantité importante qu'on avait à broyer. Nous avons donc opté pour le grand Broyeur à Boulet du laboratoire Génie civil.

La poudre obtenue a été passée par un tamis de 63µm. Par conséquent les dimensions de ces particules sont inférieures à 63µm.

Tableau 4.2. Caractéristiques de la PV

Matériaux	Masse volumique (Kg/m ³)	Surface spécifique Blaine (cm ² /g)
Poudre de verre	2500	2543

4.2.3. Le superplastifiant :

Le super plastifiant utilisé pour l'ensemble des mélanges est celui de la nouvelle génération, commercialisé par l'entreprise Granitex d'Alger, appelé MEDAFLUID SF-150 conforme à la norme NA 774, NA 5102 et NA 5102.

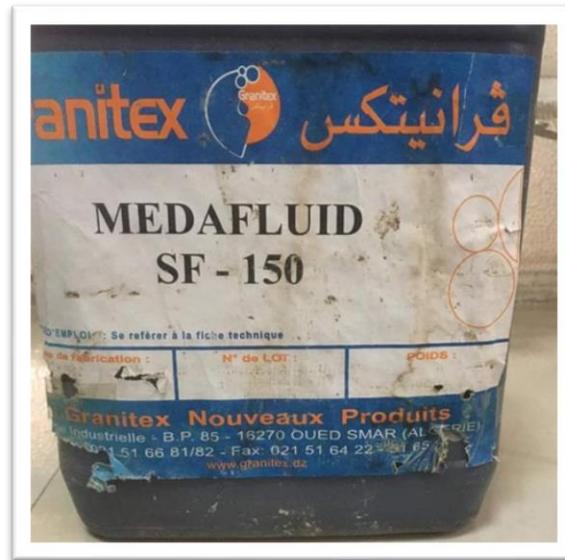


Figure 4.2. Superplastifiant utilisé

Le MEDAFLUID SF150 est un super plastifiant haut réducteur d'eau, il assure l'accélération de durcissement du béton, permettant de diminuer la quantité d'eau de gâchage. Il est caractérisé par :

Tableau 4.3. Caractéristiques du SP

Aspect	Liquide
Couleur	Marron
PH	9,5-10,5
Densité	$1,19 \pm 0,01$
Teneur en chlore	$< 0,1\text{g/L}$
Extrait sec	38 %

4.2.4. L'eau:

L'eau utilisée pour le gâchage est une eau potable du robinet du laboratoire Génie Civil de l'Ecole Nationale Polytechnique de la ville d'Alger.

4.3. Les matériels :

4.3.1. Broyeur planétaire à billes :

Les broyeurs planétaires à billes sont utilisés partout où il s'agit de satisfaire des exigences strictes en matière de finesse. Non seulement ces broyeurs assurent les procédés de broyage et de mélange classiques, mais ils satisfont aussi à toutes les conditions techniques pour un broyage colloïdal et assurent l'apport énergétique nécessaire à la mécanosynthèse. Les forces centrifuges extrêmement importantes dans les broyeurs planétaires à billes engendrent une très grande énergie de broyage qui se traduit par des temps de broyage très courts. Le broyeur planétaire PM 100 est un broyeur de paillasse compact avec une station de broyage.



Figure 4.3. Broyeur PM100

4.3.2. Appareil los Angeles :

Appareil de los Angeles ou broyeur à billes est parmi les outils les plus adaptables et les plus efficaces lorsqu'il s'agit de broyer des matériaux durs, cassant ou fibreux. Comme notre cas c'est le verre récolté des déchets. Il a une forme cylindrique et ouverte de ses extrémités sur la partie latérale.



Figure 4.4. Appareil los Angeles

4.3.3. La tamiseuse :

Tout simplement, la tamiseuse est un instrument utilisé dans plusieurs domaines tels que la chimie, le génie civil... Elle agite de manière contrôlée un ensemble de tamis où dedans se trouve la matière. On l'utilise après le broyage du verre.



Figure 4.5. Tamiseuse

4.3.4. Le malaxeur :

Appareil servant à mélanger d'une façon homogène les différents constituants d'un mélange (mortier, pâte de ciment, coulis de ciment, béton) avec une durée bien précise. Ce type de malaxeur est destiné pour des petites quantités.

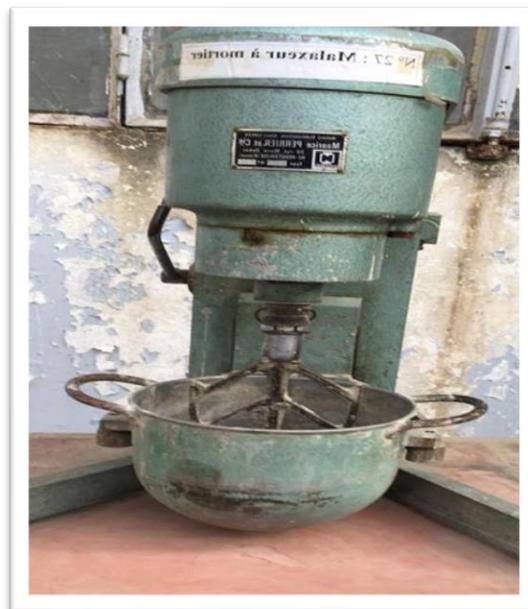


Figure 4.6. Malaxeur à mortier

4.3.5. Le mini-cône :

Dans le but de mesurer le diamètre d'étalement des pâtes préparées, on a utilisé le mini cône inspiré du cône d'Abrams, conformément à la norme NF EN 196-1.

Le principe consiste à verser la quantité nécessaire du mélange dans le mini cône posé sur le plan de travail (de préférence qu'il soit en membre), soulever le mini cône dès qu'il est rempli, laisser la pâte s'étaler pendant une minute pour pouvoir mesurer le diamètre de différents angles en utilisant une règle graduée.



Figure 4.7. Mini-cône

4.3.6. Le cône de Marsh :

Dans le but de déterminer le temps d'écoulement, on a effectué l'essai sur le cône de Marsh en se basant sur le principe suivant : verser le mélange dans le cône jusqu'à qu'il soit rempli du volume nécessaire, débloquent l'ouverture en dessous du cône et démarrer le chronomètre au même moment, laisser le mélange s'écouler jusqu'à ce que le récipient soit rempli d'un 1L de volume, refermer l'ouverture et noter le temps d'écoulement.



Figure 4.8. Cône de Marsh

4.3.7. Perméabilimètre :

Le perméabilimètre est un instrument qui mesure la surface spécifique Blaine des matériaux.

La surface spécifique Blaine sous l'abréviation de SSB représente la surface totale par unité de masse du produit accessible aux atomes et aux molécules de l'échantillon.

La surface spécifique de Blaine, c'est la surface spécifique déterminée par la méthode de Blaine (ou perméabilité à l'air) selon la norme EN 196-6. Cette méthode consiste à mesurer le temps de passation d'une quantité d'air à travers un lit de poudre pour une hauteur connue.

Les différentes caractéristiques de notre poudre ont été déterminées au niveau du laboratoire de l'Université de Médéa par Monsieur SKANDER.



Figure 4.9. Perméabilimètre

4.4. Conclusion :

Pour bien réaliser des pâtes il est nécessaire de choisir les matériaux et bien les caractériser, il faut aussi être rapide dans l'exécution et efficace.

Les deux essais d'étalement et d'écoulement, sont effectués dans le but de déterminer la fluidité, l'ouvrabilité ainsi la viscosité de la pâte

Toute pâte qui présente des anomalies (ségrégation ou autre) est rejetée.

L'aspect visuel est une étape primordiale qui permet de déterminer comme étape préliminaire la consistance de la pâte.

Chapitre 05 :

Formulation de la Pâte

5.1. Introduction :

Dans le langage scientifique, une expérience signifie un fait attendu ou provoqué de manière à vérifier une hypothèse, une loi, un modèle et parvenir à une connaissance théorique de la façon dont se déroulent des phénomènes.

Les expérimentateurs se retrouvent souvent avec un nombre important des essais lors de leur étude d'une variation de réponse, ce qui définit une démarche expérimentale classique. Cette dernière se base sur la variation de chaque paramètre seul et on observe son influence sur le comportement de la réponse par la suite, ce qui n'est pas rentable sur le point efficacité et coût. D'où l'apparition de la méthode des plans d'expériences.

Les plans de mélanges sont l'un des types des plans d'expériences que l'on utilise lorsqu'on étudie des mélanges composés de plusieurs constituants. L'étude de l'influence d'un constituant nécessite obligatoirement la variation de son dosage qui provoque à son tour la variation des autres constituants.

Les plans factoriels complets sont des plans utilisés dans le but de déterminer les facteurs les plus influents sur la réponse et d'étudier l'évolution de l'intervention des facteurs sur le produit à fabriquer. Les plans factoriels complets à deux niveaux et deux facteurs impliquent la réalisation de 2^2 essais c'est-à-dire quatre combinaisons afin d'analyser l'influence des deux facteurs chacun sur les grandeurs d'intérêts (réponses) ainsi les effets des interactions entre les facteurs.

Ce type de démarche expérimentale est venu apporter plusieurs avantages [Picaud, 2001] :

- Diminution du nombre d'essais ;
- Connaissance des effets des paramètres, déduction des paramètres influents ;
- Possibilité d'évaluer les effets des interactions entre les paramètres ;
- Meilleure précision des résultats ;
- Modélisation mathématique de l'expérience.

5.2. Elaboration d'un plan de mélange :

Le plan de mélange s'adapte bien aux formulations de manière globale, et celle des pâtes particulièrement. En effet, le principe de formulation est de composer un mélange à volume constant où la somme des volumes des constituants est égale à l'unité (en litre, en m^3 ou autre), ceci constitue une contrainte liant les composantes entre elles. Les variables ne sont pas indépendantes, dans ce cas. Dans ce cas de figure, selon sa définition, le plan de mélange apparaît bien adapté. Il s'agit de considérer les constituants comme facteurs, déterminer le domaine expérimental et analyser les résultats.

Le but de l'étude est d'aboutir à une pâte optimale répondant aux critères d'ouvrabilité, notamment l'étalement maximal et le temps d'écoulement le plus réduit. Il s'agit aussi d'étudier l'influence de tous les constituants de la pâte simultanément et les faire varier à la fois afin des effets individuelles et conjugués éventuellement.

5.2.1. Les facteurs et les réponses :

Les facteurs considérés dans cette étude de formulation de pâte autoplaçante sont : le ciment (C), la poudre de verre (PV), le superplastifiant (SP) et l'eau (E).

Elle a pour objectif de définir les caractéristiques rhéologiques de la pâte autoplaçante par le biais des réponses :

- Y_1 le diamètre moyen d'étalement de l'essai du mini-cône mesuré en (cm)
- Y_2 le temps d'écoulement en seconde (s) obtenu au cône de Marsh.

5.2.2. Le modèle mathématique :

Le modèle mathématique appliqué au plan de mélange prend en compte la contrainte fondamentale des mélanges. Il permet d'établir une relation mathématique entre une réponse Y_i et ses facteurs X_i . Les modèles peuvent être représentés par les polynômes de scheffé de différents degrés [Mathieu, 2006].

Le degré du polynôme doit être choisi par un compromis entre la précision désirée et le nombre maximum d'expériences que l'on peut tolérer, pour prendre en compte les courbures ainsi que les synergismes et les antagonismes entre les constituants [El-Barrak, 2005].

Le modèle adéquat pour un mélange de pâte autoplaçante à 4 constituants est un modèle polynomial du second degré (quadratique) à $\left[n + \frac{n(n-1)}{2} \right]$ coefficients où n est le nombre de constituants, soit un modèle de 10 coefficients dans notre cas ou $n = 4$ facteurs.

$$Y_i = \sum_{i=1}^n B_i X_i + \sum_{i \neq j, i=1}^n B_{ij} X_i X_j$$

- X_i et X_j correspondent aux proportions des constituants.
- B_i et B_{ij} sont les coefficients du modèle, différents pour chaque réponse.

Le modèle s'écrit alors sous la forme suivante :

$$Y = B_1 C + B_2 PV + B_3 SP + B_4 E + B_{12} C PV + B_{13} C SP + B_{14} C E + B_{23} PV SP + B_{24} PV E + B_{34} SP$$

En écriture matricielle, il s'écrit comme suit :

$$\{Y\} = [X] * \{b\}$$

La résolution du système permet la détermination des coefficients du modèle.

5.2.3. Domaine expérimentale :

Des essais préliminaires ont été effectués ayant pour but la délimitation du domaine expérimental où l'obtention de pâtes autoplaçante est faisable. Ces essais exploratoires consistent à faire varier les constituants du mélange sur un intervalle large pour aboutir à un maximum de combinaison de pâtes répondant aux exigences rhéologiques.

L'inconvénient de cette étape a été de réduire trop le domaine d'étude par rapport à celui de la démarche paramétrique, mais elle garantit des mélanges mesurables et fluides [El-Barrak, 2005].

Tableau 5.1. Composition des pâtes étudiées

Ciment %	100	95	90	85	80
PV %	0	5	10	15	20
SP %	0	0.3	0.6	1	1.5
E/C	0.2-0.25-0.3-0.35-0.4				

Le tableau 5.1 présente les différentes proportions des mélanges qui seront étudiés lors de cette étape. Les réponses portaient sur le temps d'écoulement, le diamètre d'étalement et surtout leur aspect visuel (ségrégation, fluidité).

Les quantités du superplastifiant et de la poudre de verre sont calculés par rapport à la masse du ciment.

L'approche expérimentale comporte le mélange de deux phases liquide et solide, après on procède à la combinaison des deux jusqu'à avoir un mélange de pâte.

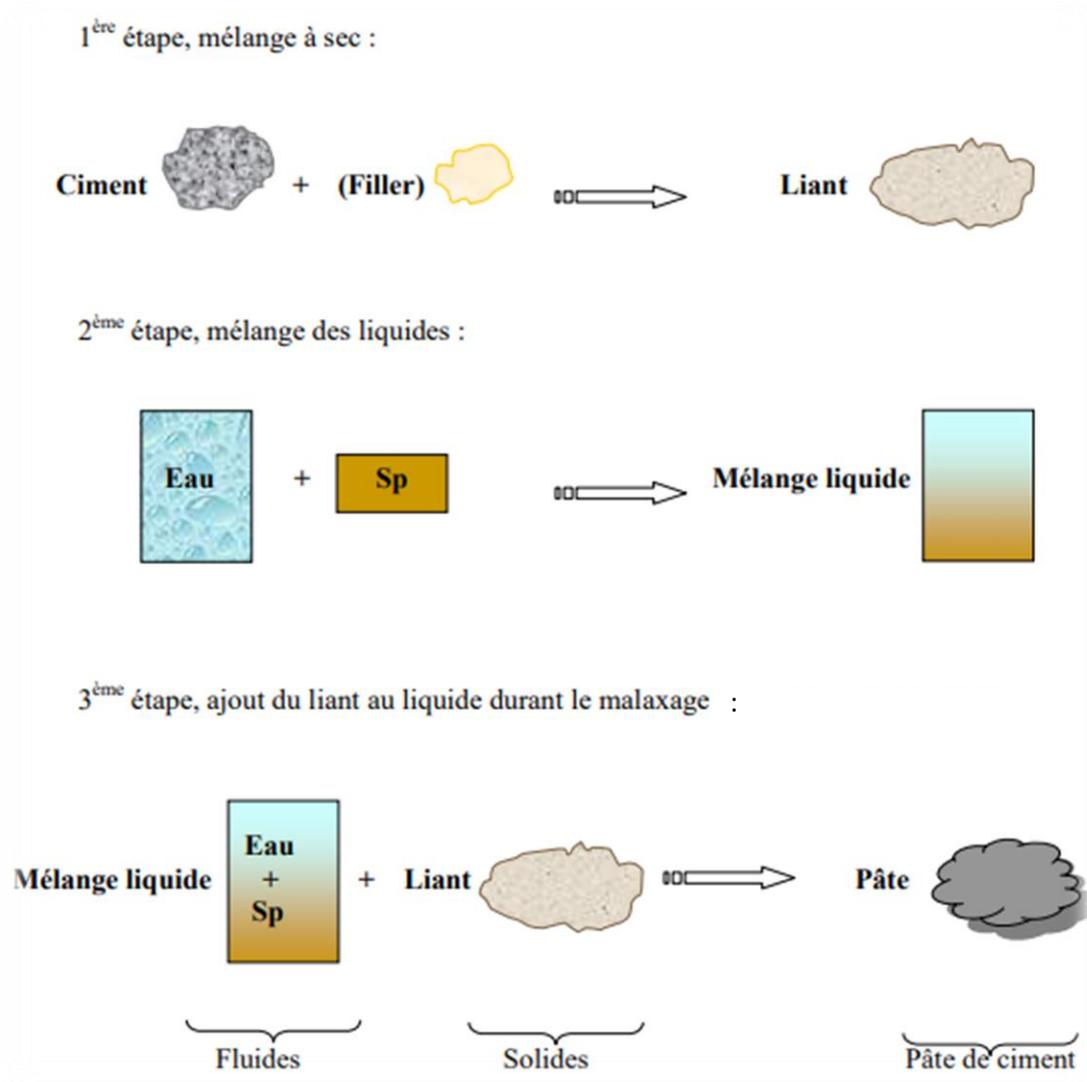


Figure 5.1. Étapes du mélange

5.2.4. Consistance de la pâte de ciment :

Lors des essais, on distingue différents types de consistance de la pâte de ciment :

- **Aspect sec :**

Cet aspect a qualifié les mélanges de pâtes dur et sec. Ce type de pâte ne donne aucune possibilité de faire les essais ni du mini-cône, ni ceux du cône de Marsh.

L'aspect sec est apparu pour toutes les combinaisons avec un rapport $E/C=0.2$, quel que soit la variation des autres constituants.



Figure 5.2. Aspect sec de la pâte

- **Aspect ferme :**

Cet aspect est aperçu lorsque le mélange de pâte prend la forme du mini-cône lors de l’essai et il ne s’écoule pas de façon continue. Autrement dit, difficulté de la réalisation des essais.

On a obtenu cet aspect pour les dosages suivants :

Tableau 5.2. Dosage des pâtes fermes

N° de pâte ferme	C %	E/C	SP %	PV %
01	100	0.3	0	0
02	100	0.35	0	0
03	95	0.3	0.3	5
04	95	0.25	0.3	5



Figure 5.3. Aspect ferme de la pâte

- **Aspect plastique :**

Cet aspect est noté lorsque le mélange de pâte présente les caractéristiques d'un corps moins fluide, homogène, nécessitant un temps d'écoulement assez grand et qui se met en place lentement après l'enlèvement du mini-cône.

Parmi les dosages pour lesquels, on a obtenu cet aspect sont :

Tableau 5.3. Dosage des pâtes d'aspect plastique

N° de pâte Plastique	C %	E/C	SP %	PV %
01	100	0.4	0	0
02	95	0.35	0.3	5
03	90	0.35	0.6	10
04	85	0.25	1	15



Figure 5.4. Aspect plastique de la pâte

- **Aspect fluide :**

Cet aspect est obtenu lorsqu'on a un mélange de pâte avec des caractéristiques d'un corps fluide. Il existe deux types de cet aspect :

Tableau 5.4. Dosage des pâtes d'aspect fluide

N° de pâte Fluide	C %	E/C	SP %	PV %	Observations
01	90	0.35	0.6	10	Des mélanges parfaitement formés et homogènes qui n'ont aucune anomalie (Pâtes fluides parfaites)
02	80	0.3	1.5	20	

03	85	0.4	1	15	Des mélanges fluides qui s'écoulent sur leurs propres poids, mais ils représentent Le phénomène de ségrégation (Pâtes fluides non homogènes)
04	85	0.35	1	15	



Figure 5.5. Aspect fluide de la pâte

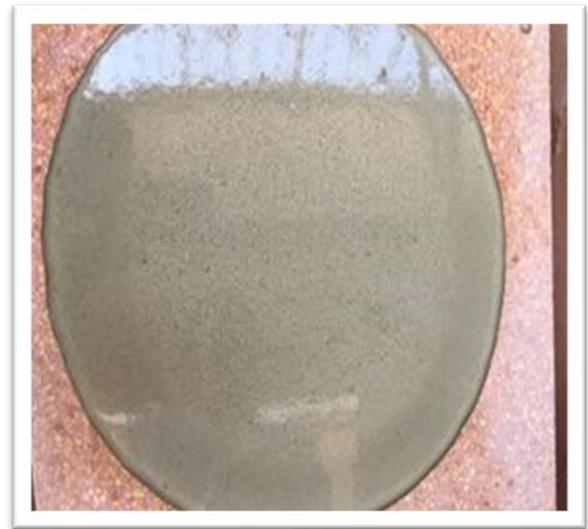


Figure 5.6. Ségrégation de la pâte

5.2.5. Domaine expérimental :

A l'issu de cette première étape et après synthèse de tous les résultats préliminaires obtenus, il en a découlé des intervalles à l'intérieurs des quels les mélanges répondaient aux critères d'ouvrabilité et de stabilité (absence de ségrégation) ayant une viscosité apparente et fluidité maximale.

Un domaine expérimental s'en est dégagé, décrit dans ce qui suit :

$$\left\{ \begin{array}{l} 10\% \leq PV \leq 20\% \\ 1\% \leq SP \leq 1.8\% \\ 0.3 \leq E/C \leq 0.35 \\ 0.56 \leq \Gamma \leq 0.65 \end{array} \right.$$

Où Γ C'est l'indice de la concentration volumique en solide, définie par le rapport du volume de tous les solides de la pâte sur le volume total :

$$\Gamma = \frac{V_{\text{solides}}}{V_{\text{total}}}$$

Le paramètre de la concentration volumique englobe les fines particules provenant à la fois du ciment, la poudre de verre et du superplastifiant en considérant son extrait sec.

Les inéquations précédentes sont définies par des contraintes relationnelles qui peuvent être transformées en équations arithmétiques sous la forme suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} C + PV + SP + E = 1 \\ 0.2448C - PV \geq 0 \\ -0.1224C + PV \geq 0 \\ 0.046286C + 0.037815PV - SP \geq 0 \\ -0.020571C - 0.021008PV + SP \geq 0 \\ -0.39C - 0.39PV + 0.23SP + 0.61E \geq 0 \\ 0.44C + 0.44PV - 0.18SP - 0.56E \geq 0 \end{array} \right.$$

Ces inéquations ont permis de délimiter le domaine expérimental par des contraintes implicites inférieures et supérieures

Tableau 5.5. Contraintes implicites

Matériaux	Facteur	Contrainte implicite	
		INF	SUP
Ciment	C	0.4400	0.4500
Poudre de verre	PV	0.0900	0.1000
Superplastifiant	SP	0.0130	0.0200
Eau	E	0.4335	0.4400

5.2.6. Matrice d'expérience :

Les plans de mélanges consistent à avoir les réponses Y_i en fonction des facteurs X_i avec une certaine erreur (ϵ) provenant des conditions d'expériences et de la précision des appareils utilisés.

Le système d'équations sous forme matriciel est comme suit :

$$[Y] = [X][B] + [\epsilon]$$

La résolution de ce système est généralement conduite selon la méthode des moindres carrés (Goupy1988).

Pour notre cas, nous étudions un plan de mélange à 4 facteurs, le domaine d'étude est donc un espace à 4 dimensions. Après avoir introduit toutes les informations nécessaires comme les contraintes implicites, le type de mélange ainsi que le nombre de points du tétraèdre où on a répété trois fois le point du centre de gravité (pour minimiser l'erreur) dans le logiciel Minitab17. On a obtenu les résultats suivants en proportions volumiques :

Tableau 5.6. Matrice d'expérience du plan de mélange

Nombre d'Essais	Ciment	PV	SP	E
01	0,450	0,090	0,020	0,440
02	0,440	0,100	0,020	0,440
03	0,450	0,100	0,013	0,437
04	0,450	0,097	0,013	0,440
05	0,447	0,100	0,013	0,440
06	0,450	0,100	0,020	0,430
07	0,450	0,099	0,013	0,439
08	0,449	0,100	0,013	0,439
09	0,449	0,099	0,013	0,440
10	0,450	0,100	0,017	0,434
11	0,450	0,095	0,020	0,435
12	0,450	0,094	0,017	0,440
13	0,445	0,100	0,020	0,435
14	0,444	0,100	0,017	0,440
15	0,445	0,095	0,020	0,440
16	0,448	0,098	0,017	0,438
17	0,449	0,094	0,018	0,439
18	0,444	0,099	0,018	0,439
19	0,449	0,099	0,015	0,437
20	0,449	0,097	0,015	0,439
21	0,448	0,099	0,015	0,439
22	0,449	0,0989	0,018	0,434
23	0,448	0,098	0,017	0,438
24	0,448	0,098	0,017	0,438

Cette matrice de 24 pâtes servira en premier lieu au calcul des coefficients du modèle polynomial de degré 2 qui a été choisi ainsi que la détermination de la pâte optimale.

La phase suivante consiste à formuler ses 24 pâtes obtenues et ainsi calculer le temps d'écoulement et le diamètre d'étalement pour procéder à l'analyse et l'interprétation de ces pâtes.

5.3. Elaboration d'un plan factoriel complet à deux facteurs :

Des insuffisances ont été constatées lors de l'application du plan de mélange préétabli. Seul l'objectif d'obtention de pâte optimale a été atteint et confirmé. Malheureusement le modèle mathématique n'avait pas de signification. Ses coefficients n'avaient aucun sens physique et aucune relation avec les réponses. Ajouter à cela, la réduction automatique du domaine expérimental avec une divergence disproportionnée des résultats.

Intrigué et cherchant des réponses, on s'est converti vers une autre approche basée sur un plan factoriel complet de deux facteurs à deux niveaux, notamment le superplastifiant et la poudre de verre.

Pour ce plan le nombre d'essais est de (2^2 essais) avec trois répétitions de manipulation pour le point central afin de calculer l'erreur.

Remarque : l'élaboration d'un plan factoriel complet se fait avec des valeurs codées, c'est la plus généralisée.

5.3.1. Les facteurs et le domaine expérimental :

Dans cette partie, les facteurs sont sous le nombre de deux : le superplastifiant et la poudre de verre respectivement.

Pour la détermination du domaine expérimental du plan factoriel complet à deux facteurs, on s'est référé aux essais préliminaires établis précédemment et notre choix est le suivant :

$$\begin{cases} 1\% \leq SP \leq 1,8\% \\ 10\% \leq PV \leq 20\% \end{cases}$$

Avec : $E = 432 \text{ mL}$ et $L = (C+PV) = 1350 \text{ g}$

Après la fondation des équations, le domaine expérimental est défini en proportion massique comme suit :

Tableau 5.7. Facteurs et leurs niveaux

Matériau	Facteurs	Niveau bas (-1)	Niveau haut (+1)
Superplastifiant	SP	13,5	24,3
Poudre de verre	PV	135	270

5.3.2. Le modèle mathématique :

Le modèle mathématique d'un plan factoriel complet de deux facteurs à deux niveaux, est un polynôme du premier degré à trois coefficients :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{12}x_1x_2$$

Où :

y : La réponse (diamètre d'étalement, ou le temps d'écoulement) ;

x_i : Représente les niveaux attribués aux facteurs ($i=2$) ;

a_0 : La valeur de la réponse au centre du domaine d'étude ;

a_1 : L'effet du facteur 1 (superplastifiant) ;

a_2 : L'effet du facteur 2 (poudre de verre) ;

a_{12} : Représente l'interaction entre les deux facteurs (superplastifiant-poudre de verre).

D'où le modèle analytique représentant le plan factoriel à deux niveaux et deux facteurs correspondant à étudier l'influence des deux constituants (le SP et la PV) sur la pâte autoplaçante est :

$$y = a_0 + a_1 * SP + a_2 * PV + a_{12} * SP * PV$$

Le calcul des coefficients se fera après avoir complété la matrice expérimentale en effectuant tous les essais à étudier.

5.3.3. Matrice d'expérience :

En introduisant les valeurs codées du domaine expérimental dans le Minitab V17, et convertir les valeurs de la matrice obtenus en proportion massiques, on a abouti aux résultats suivants :

Tableau 5.8. Matrice d'expérience du plan factoriel

N° d'Essais	Valeurs codées		Valeurs réelles			
	SP	PV	SP(g)	PV(g)	C(g)	E(g)
01	-1	-1	13,5	135,0	1215,0	432
02	1	-1	24,3	135,0	1215,0	432
03	-1	1	13,5	270,0	1080,0	432
04	1	1	24,3	270,0	1080,0	432
05	0	0	18,9	202,5	1147,5	432
06	0	0	18,9	202,5	1147,5	432
07	0	0	18,9	202,5	1147,5	432

5.4.Résultats :

5.4.1. Plan de mélange:

Après avoir réalisé les pâtes avec ces différentes compositions, et effectué les deux essais d'étalement et d'écoulement sur le mini cône et le cône de Marsh respectivement, les résultats obtenus ont été présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 5.9. Résultats des essais effectués sur les pâtes

Nombre d'Essais	Ciment	PV	SP	E	Etalement (cm)	Ecoulement (s)
01	0,450	0,090	0,020	0,440	38,75	34
02	0,440	0,100	0,020	0,440	39,00	33
03	0,450	0,100	0,013	0,437	35,25	48
04	0,450	0,097	0,013	0,440	34,00	39
05	0,447	0,100	0,013	0,440	38,25	35
06	0,450	0,100	0,020	0,430	38,75	41
07	0,450	0,099	0,013	0,439	17,75	95
08	0,449	0,100	0,013	0,439	16,75	100
09	0,449	0,099	0,013	0,440	18,25	90
10	0,450	0,100	0,017	0,434	19,75	80
11	0,450	0,095	0,020	0,435	25,50	25
12	0,450	0,094	0,017	0,440	22,75	20
13	0,445	0,100	0,020	0,435	25,00	21
14	0,444	0,100	0,017	0,440	38,50	30
15	0,445	0,095	0,020	0,440	26,25	19
16	0,448	0,098	0,017	0,438	21,25	38
17	0,449	0,094	0,018	0,439	23,25	19
18	0,444	0,099	0,018	0,439	23,75	18
19	0,449	0,099	0,015	0,437	21,75	60
20	0,449	0,097	0,015	0,439	22,00	57
21	0,448	0,099	0,015	0,439	23,25	55
22	0,449	0,0989	0,018	0,434	27,00	30
23	0,448	0,098	0,017	0,438	20,75	48
24	0,448	0,098	0,017	0,438	20,75	48

L'aspect visuel de la pâte est un fait déterminant à propos de la qualité de la pâte. Plusieurs textures de la pâte ont été présentées durant cette expérience, on distingue les trois principales :



Figure 5.7. Pâte ferme (essai 08)

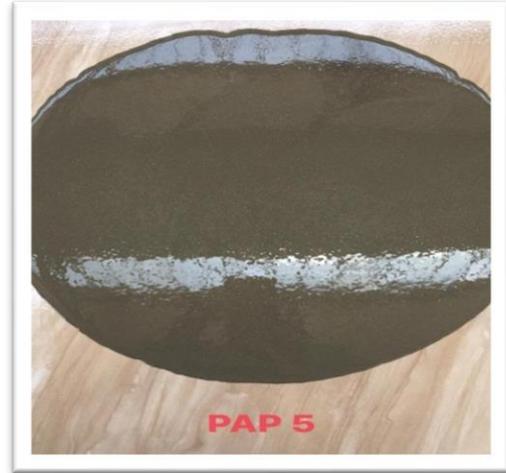


Figure 5.8. Pâte fluide (essai 05)



Figure 5.9. Pâte plastique (essai 12)

5.4.2. Plan factoriel complet à deux facteurs :

De même pour ce plan, après avoir effectué les essais avec les proportions déterminées on a obtenu les résultats suivants :

Tableau 5.10. Résultats des essais effectués sur les pâtes

N° d'Essais	SP(g)	PV(g)	C(g)	E(g)	Etagement (cm)	Ecoulement (s)
01	13,5	135	1215	432	31,5	7
02	24,3	135	1215	432	37,75	6
03	13,5	270	1080	432	31	10
04	24,3	270	1080	432	29,75	9
05	18,9	202,5	1147,5	432	35,75	8
06	18,9	202,5	1147,5	432	32,75	8,5
07	18,9	202,5	1147,5	432	34,75	7,3

L'aspect visuel pour le plan factoriel est aussi important, car en visualisant la pâte on va pouvoir déterminer ses aspects différents. Les photos ci-dessous représentent les différentes pâtes des 7 dosages définis auparavant pour le plan factoriel complet à deux facteurs (SP et PV) :



Figure 5.10. Pâte de l'essai 01



Figure 5.11. Pâte de l'essai 02



Figure 5.12. Pâte de l'essai 03



Figure 5.13. Pâte de l'essai 04



Figure 5.14. Pâte de l'essai 06

5.5. Conclusion :

Ce chapitre présent consiste à détailler les deux plans d'expériences (plan de mélange-plan factoriel complet) pour notre étude avec les constituants choisis, les essais préliminaires et à formuler les pâtes établies dans le domaine d'études.

Pour bien réaliser des pâtes il est nécessaire de choisir les matériaux et bien les caractériser, il faut aussi être rapide dans l'exécution et efficace.

Les deux essais d'étalement et d'écoulement, sont effectués dans le but de déterminer la fluidité, l'ouvrabilité ainsi la viscosité apparente de la pâte.

Toute pâte qui représente des anomalies (ségrégation ou autre) est rejetée.

L'aspect visuel est une étape primordiale qui permet de déterminer comme étape préliminaire la consistance de la pâte.

Chapitre 06 :
Analyse et Interprétation des
Résultats

6.1. Introduction :

L'objectif de cette étude est d'arriver à avoir une pâte autoplaçante qui vérifie certaines exigences, notamment un étalement important voisinant les 30 cm et un temps d'écoulement autour de 20 s [Yan et al, 2009].

Dans ce présent chapitre, on va analyser les résultats trouvés précédemment et étudier leur influence sur le comportement rhéologique d'une PAP, ainsi que la proposition de modèle mathématique éventuellement. L'interaction des facteurs sera aussi étudiée, sans oublier la détermination d'une pâte optimale à l'issue des expériences établies. Au final, on procèdera à la vérification de la fiabilité du modèle mathématique choisi au début de l'étude ainsi que la signification des coefficients. A préciser que cette analyse se fera par le logiciel Minitab17, adapté au calcul et analyse des différents types de plans d'expériences.

Cette analyse est divisée en deux grandes parties la première est dédié au plan de mélange et la deuxième au plan factoriel.

6.2. Analyse des résultats du plan de mélange :

6.2.1. Résultats des essais du mini-cône :

L'analyse des résultats des essais au mini-cône focalise sur l'étude de l'influence des différents facteurs (qui ne sont autre que les composants des pâtes autoplaçante) sur les étalements obtenus, autrement dit sur les caractéristiques rhéologiques des mélanges. Cela conduirait à comprendre les effets des paramètres qui entrent en jeu et donc une meilleure maîtrise de ce type de mélange. Il est à souligner que la compréhension de l'effet de la poudre de verre ainsi que son dosage optimal est mis en avant dans cette étude.

Pour ce faire, chaque intrant est analysé seul pour ressortir son effet sur l'étalement dans une première étape.

- **Influence du ciment (C) sur le diamètre d'étalement :**

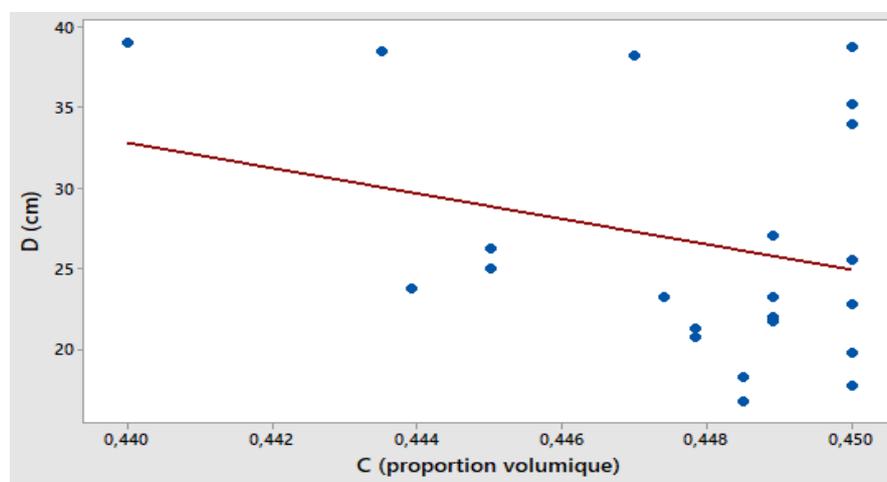


Figure 6.1. Le diamètre d'étalement en fonction du ciment

Le présent graphe nous montre que l'augmentation de la quantité du ciment implique une baisse des valeurs d'étalement, autrement dit notre pâte de ciment devient moins ouvrable et elle perd la signification d'autoplaçante. De ce fait le ciment joue un rôle négatif sur l'ouvrabilité des PAP, ce qui habituel à cause de son caractère flocculant d'un côté et sa finesse d'un autre côté qui implique une demande en eau supplémentaire pour atteindre des performances rhéologiques escomptées. Ce phénomène est justifié par l'augmentation de la surface spécifique qui nécessite donc plus d'eau pour couvrir tous les grains au sein du mélange.

- **Influence de la poudre de verre (PV) sur le diamètre d'étalement :**

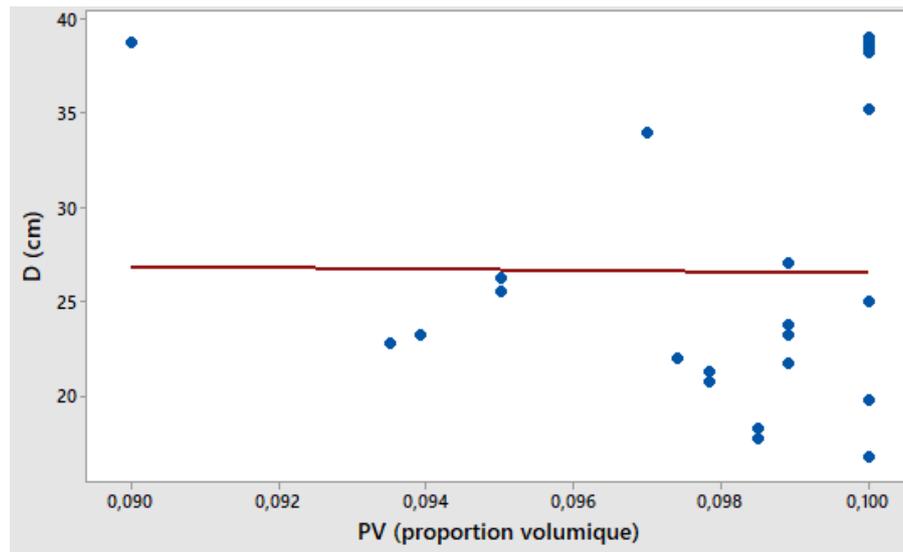


Figure 6.2. Le diamètre d'étalement en fonction de la PV

L'étalement et la poudre de verre sont inversement proportionnels ou l'augmentation de la poudre implique la diminution des valeurs d'étalement conduisant même à des pâtes fermes, dans le cas des forts dosages. On constate que le ciment et la poudre de verre ont la même influence sur l'étalement.

Certes, la courbe de régression, désigné par la droite en rouge sur la figure (6.2), montre que la poudre de verre n'a pas une influence prononcée comme celle du ciment (fig. 6.1) sur le diamètre d'étalement, néanmoins l'effet négatif est bien présent. La faiblesse de cet effet en comparaison à celui du ciment se justifie par la finesse de la PV qui est moins importante que celle du ciment. La PV moins fine que le ciment, conduit donc à une surface spécifique plus faible et donc à un effet de perte de maniabilité moins important que celui du ciment.

- **Influence du superplastifiant (SP) sur le diamètre d'étalement :**

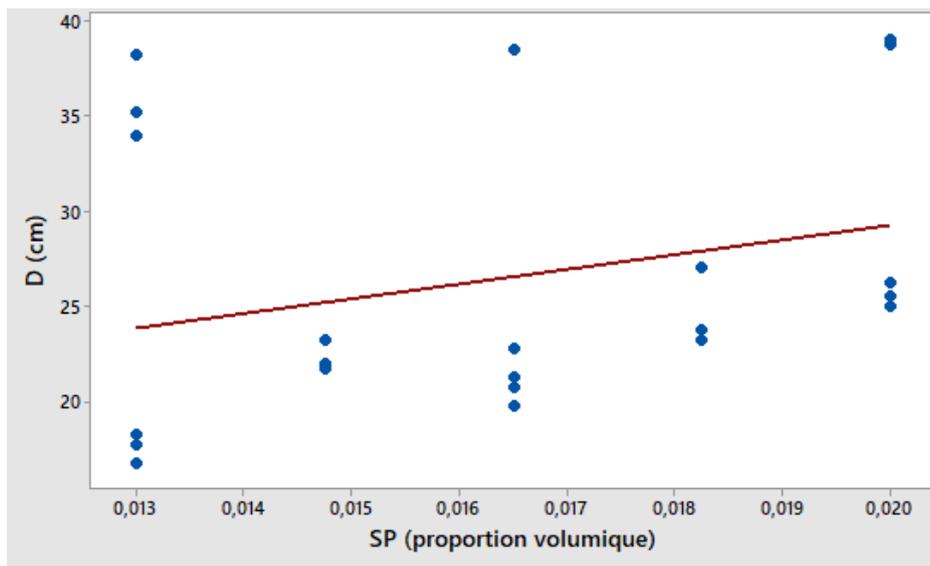


Figure 6.3. Le diamètre d'étalement en fonction du SP

L'étalement et le superplastifiant sont proportionnel, l'étalement augmente avec l'augmentation du superplastifiant d'où l'obtention d'une pâte de ciment fluide. L'ouvrabilité de la pâte autoplaçante dépend fortement du dosage du SP. C'est un résultat prévisible car le superplastifiant est à l'origine de ce type de mélange très fluide. Son effet positif est indéniable et son usage est incontournable. Grâce à sa capacité de défloculation des grains fins qui s'agglomèrent, il libère l'eau emprisonnées par les amas de grains et elle va servir, de la sorte, à l'ouvrabilité de l'ensemble.

- **Influence de l'eau (E) sur le diamètre d'étalement :**

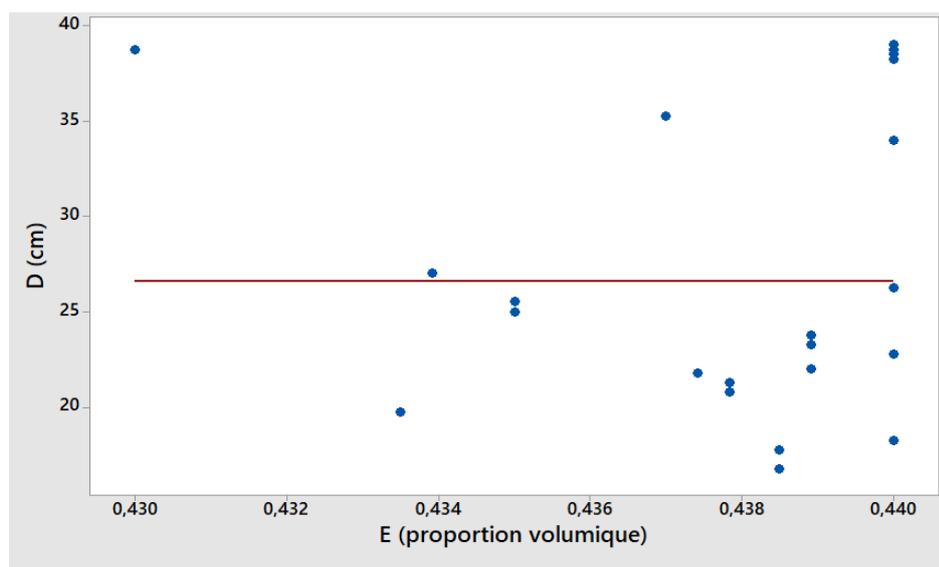


Figure 6.4. Le diamètre d'étalement en fonction de l'eau

Il est évident que l'étalement augmente avec l'augmentation de la quantité d'eau, d'où les deux sont relativement proportionnels. L'eau joue un rôle important sur l'ouvrabilité des mélanges de manière globale, et des pâtes en particulier.

Quant à la régression qui reste pratiquement constante dans notre cas, on pense que c'est dû au domaine expérimental très réduit, ou l'influence de variation de ce facteur n'a pas été mise en exergue. Bien que l'effet positif de l'eau sur l'étalement reste évident, il n'apparaît pas sur nos résultats et la variation de l'étalement est essentiellement régie par la variation du superplastifiant dans notre cas.

6.2.2. Résultats au cône de Marsh :

L'essai au cône de Marsh relie une consistance à un temps d'écoulement. Nous présentons l'analyse des essais effectués sur les différents mélanges obtenus lors de l'étude.

L'objectif reste de comprendre l'effet de chaque facteur (ciment, poudre de verre, superplastifiant et l'eau) sur le temps d'écoulement des pâtes autoplacantes.

- **Influence du ciment (C) sur le temps d'écoulement :**

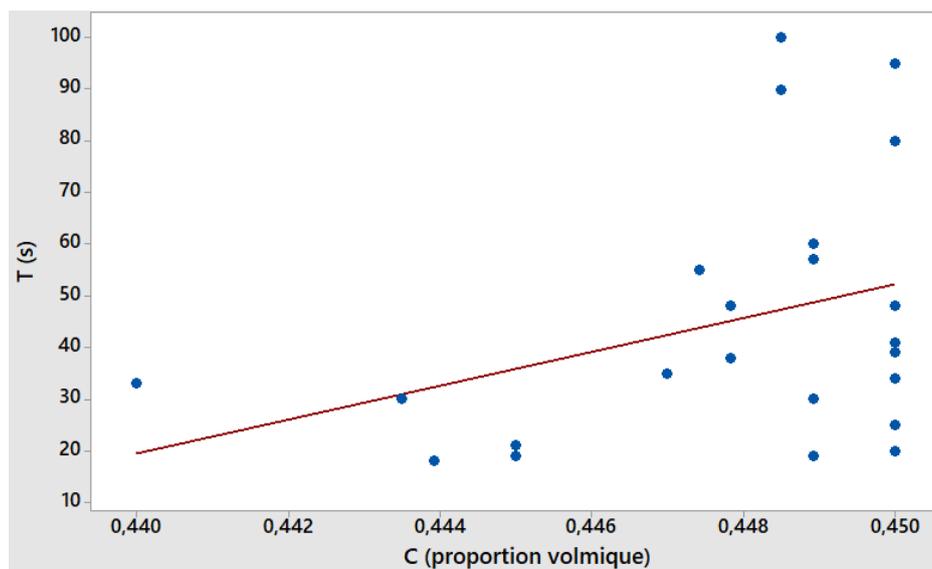


Figure 6.5. Le temps d'écoulement en fonction du ciment

D'après ce graphe, les deux facteurs sont relativement proportionnels lorsque la quantité de ciment augmente, l'écoulement augmente également. Cette augmentation dans le temps de l'écoulement indique une perte d'ouvrabilité induite par l'augmentation de la quantité de ciment. Cette évolution est similaire à ce qui a été observée avec les résultats de l'étalement. L'explication du phénomène se fait donc avec les mêmes arguments évoqués lors de l'analyse de l'étalement en fonction du dosage en ciment.

- Influence de la poudre de verre (PV) sur le temps d'écoulement :

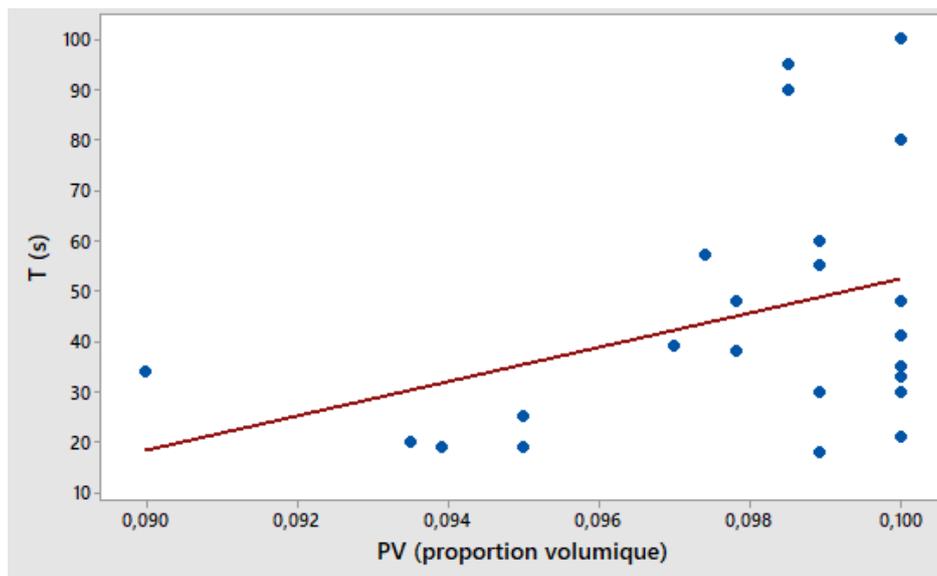


Figure 6.6. Le temps d'écoulement en fonction de la PV

Le graphe présent montre que lorsque la quantité de la poudre de verre augmente, le temps d'écoulement augmente aussi donc ils sont proportionnels. Cela confirme l'effet négatif de la PV sur l'ouvrabilité. Si cet effet n'a pas été prononcé dans le cas d'étalement, il paraît clairement dans l'évolution du temps d'écoulement. On peut conclure que le temps d'écoulement est un bon paramètre de caractérisation des PAP surtout quand elles ont des performances rhéologiques rapprochées, notamment des étalements de même ordre. S'il sera difficile de les distinguer les unes des autres par leurs étalements, le temps d'écoulement constitue un paramètre plus précis et plus sensible à la variation de l'ouvrabilité dans une petite plage.

- Influence du superplastifiant (SP) sur le temps d'écoulement :

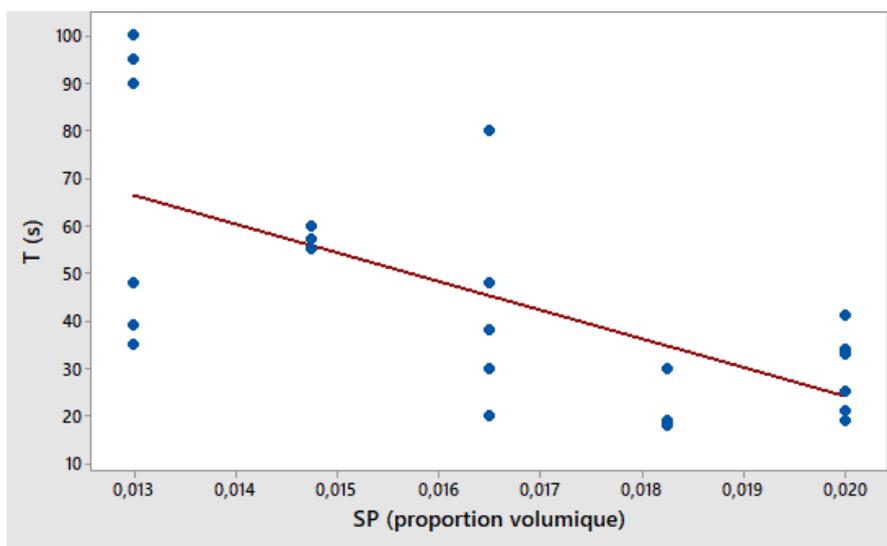


Figure 6.7. Le temps d'écoulement en fonction du SP

L'écoulement et le superplastifiant sont inversement proportionnels, lorsque le superplastifiant augmente le temps d'écoulement diminue ce qui nous donne une bonne ouvrabilité de la pâte. Cette constatation est conforme aux observations faites sur l'étalement en fonction du superplastifiant. Dans la globalité le superplastifiant agit positivement sur l'ouvrabilité.

- **Influence de l'eau (E) sur le temps d'écoulement :**

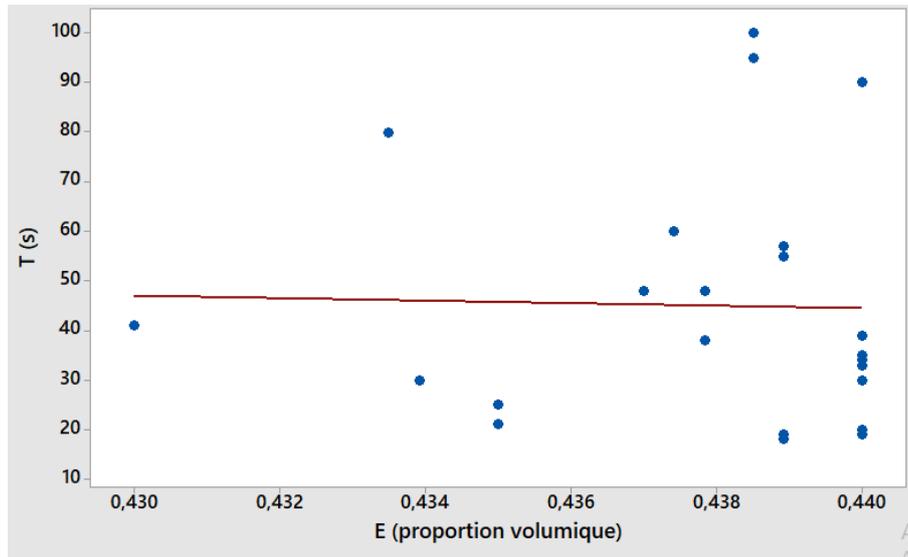


Figure 6.8. Le temps d'écoulement en fonction de l'eau

On observe l'effet timide de l'eau sur le temps d'écoulement, similairement à ce qui a été observé sur l'étalement. Certes il y a une diminution de l'écoulement avec augmentation de l'eau, néanmoins elle reste difficilement observable et même négligeable. Ceci est éventuellement dû à la restriction du domaine expérimental, ou la variation d'eau est petite ne permettant pas de mettre son effet en avant.

6.2.3. L'analyse par les diagrammes ternaires :

Un diagramme ternaire est une représentation graphique sous forme de triangle où les données numériques aux sommets représentent la fraction maximale du composant. Leur variation se fait sur chaque côté et le mélange des constituants est à l'intérieur du triangle.

Ils sont souvent utilisés en géologie, chimie, minéralogie ... ainsi d'autre domaine.

Le diagramme ternaire est généralement représenté par un triangle équilatéral. La figure suivante (figure 6.9) montre le sens de l'évolution de chaque paramètre X_i et sa position par rapport aux autres.

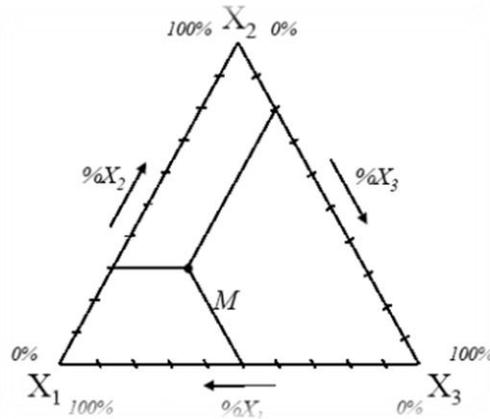


Figure 6.9. Représentation d'un diagramme ternaire

Le principe d'un diagramme ternaire dans notre cas de formulation des PAP avec quatre constituants (ciment, poudre de verre, superplastifiant et l'eau) est de fixer un paramètre et faire varier les autres simultanément, du fait que nos mélanges contiennent quatre composants et donc une représentation graphique par triangle n'est pas possible sauf si on fixe un composant et on fait varier les trois autres.

- Le temps d'écoulement :

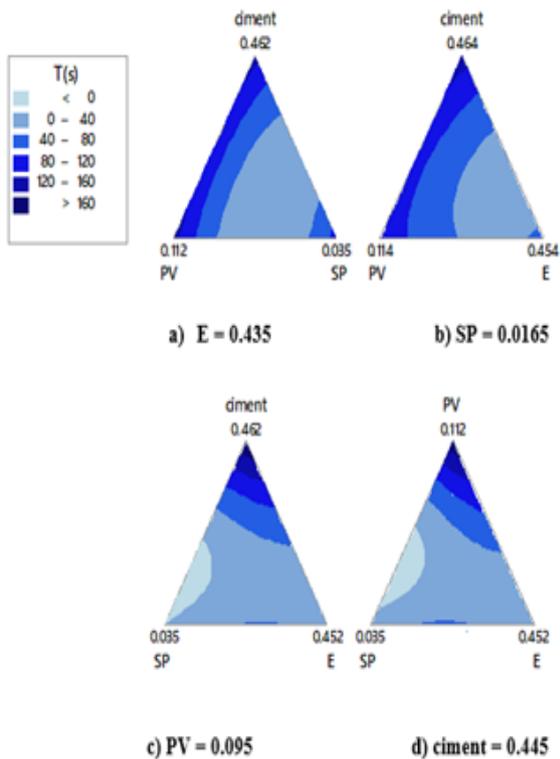


Figure 6.10. Diagramme ternaire du temps D'écoulement T(s) pour les valeurs inférieures

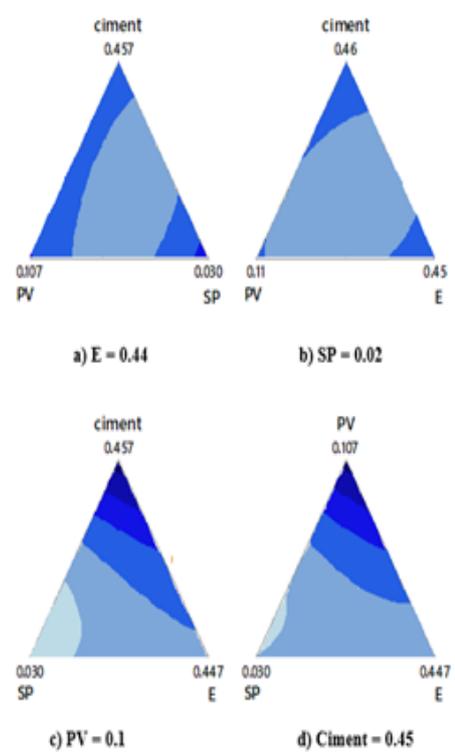


Figure 6.11. Diagramme ternaire du temps d'écoulement T(s) pour les valeurs supérieures

L'examen des diagrammes ternaires met en exergue l'influence prédominante du superplastifiant qui malgré sa variation dans une petite plage, conduit à l'élargissement du domaine des écoulements rapides $T < 40$ s en passant de la valeur minimale (figure 6.10) à la valeur maximale (figure 6.11). En deuxième lieu, on observe l'effet de l'eau sur l'ouvrabilité des mélanges. En effet, les diagrammes ternaires de la figure (6.10-a) et figure (6.11-a) présentent un léger élargissement du domaine où $T < 40$ s, contrairement à ceux de la figure (6.10-c) et (6.10-d) avec ceux de la figure (6.11-c) et (6.11-d), où changement dans la variation du temps d'écoulement est très timide avec une allure des iso-réponses, qui reste presque inchangées. C'est dire que cette représentation n'a pas mis en valeurs l'impact du ciment et de la poudre de verre, en passant de leurs valeurs minimales à leurs valeurs maximales, sur le temps d'écoulement et leur effet paraît négligeable devant l'effet du superplastifiant et celui de l'eau, contrairement à ce qui a été mentionné. Cette anomalie se justifierait probablement par le fait que la régression linéaire adoptée dans les figures (6.10) et (6.11) n'est qu'une représentation sommaire de l'effet des constituants servant à donner une idée sur la tendance générale seulement. La représentation par les courbes ternaires semble se rapprocher mieux de la réalité.

On conclue que l'effet prédominant revient en premier lieu au superplastifiant suivi de celui de l'eau. D'ailleurs les pâtes les plus ouvrables tendent vers les dosages maximaux du superplastifiant et de l'eau.

• **Le diamètre d'étalement :**

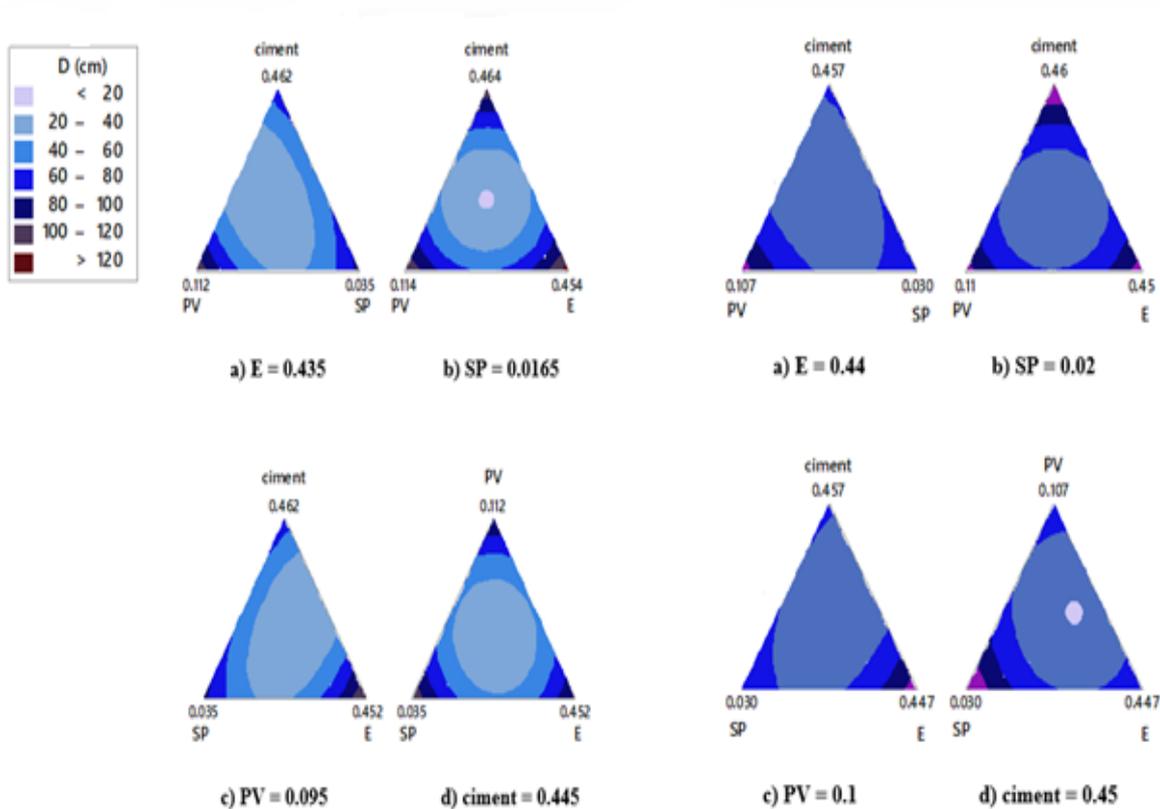


Figure 6.12. Diagramme ternaire de L'étalement D (cm) pour les valeurs inférieures

Figure 6.13. Diagramme ternaire de l'étalement D (cm) pour les valeurs supérieures

Les tendances de variation de l'étalement ne sont pas claires, c'est éventuellement dû à l'étroitesse du domaine et pour une meilleure compréhension de la variation de cette réponse il est indispensable d'approfondir l'étude avec un domaine plus large et une approche différente. Tous les facteurs ont l'air d'avoir la même influence avec une légère prédominance de l'eau et du superplastifiant sans qu'il n'y ait de changement notable entre les résultats des valeurs inférieures ou celles supérieures, contrairement à l'écoulement.

Dans cette optique, s'insère le deuxième plan factoriel complet, établi pour une tentative de compréhension de ce phénomène.

6.2.4. Corrélation entre l'étalement et le temps d'écoulement :

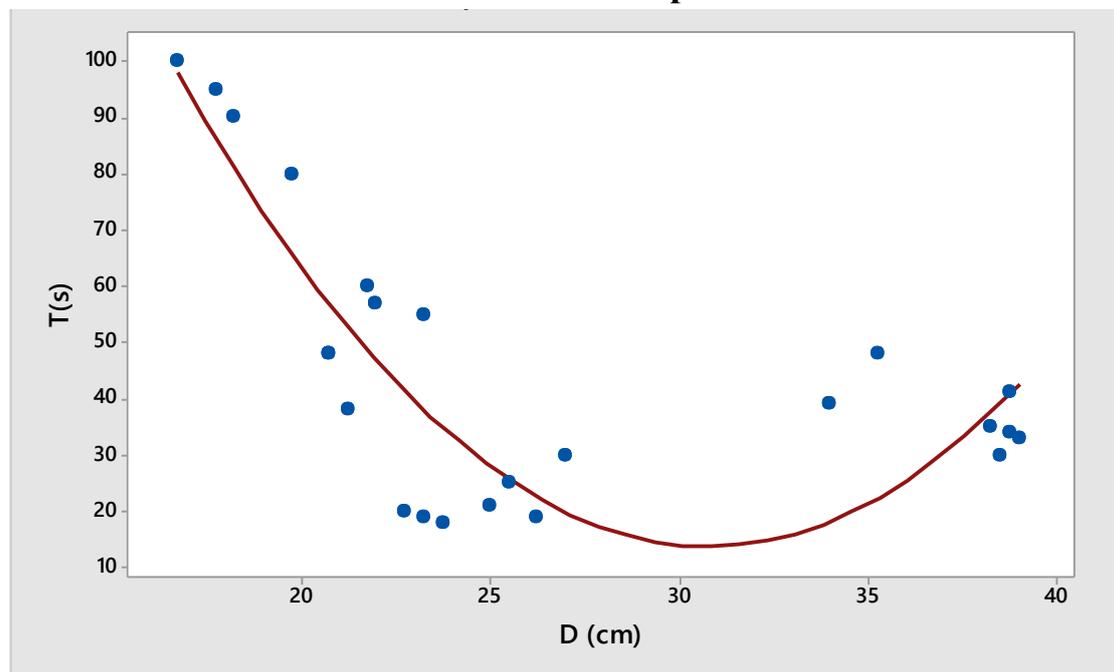


Figure 6.14. la corrélation entre D(cm) et T(s)

L'étude de la variation de T(s) en fonction de D (cm) a mis en relief un surprenant phénomène. A l'examen du diagramme de la figure (6.14), on observe un optimum au-delà duquel le D continue à augmenter indiquant un gain d'ouvrabilité, contrairement à T qui augmente lui aussi désignant, paradoxalement une perte d'ouvrabilité. Cette contradiction informe sur la variation de la cinétique de l'étalement, qui nécessite pour une meilleure compréhension, d'approfondir les investigations expérimentales afin de mieux cerner le phénomène en étudiant l'évolution de D en fonction du temps et ne pas se contenter de mesurer l'étalement final. Car en réalité les mélanges se mettent en place plus lentement, sans perdre de leurs fluidités, il se trouve que leur viscosité se modifie.

Avec un coefficient de corrélation égale à 72% et une équation sous la forme suivante :

$$T (s) = 0,42 D^2 - 260,42 D + 420,3$$

6.2.5. Détermination de la pâte optimale :

La pâte optimale recherchée doit répondre aux exigences d’ouvrabilité maximale, ce qui se traduit par un étalement maximal et un temps d’écoulement minimal. L’usage de l’outil informatique (MINI TAB V17) a permis l’obtention d’une pâte optimale théorique. La formule ainsi obtenue a été expérimentée et les résultats obtenus ont été concluants et conformes aux résultats théoriques.

Tableau 6.1. Composition de la pâte optimale

Composant	Valeur (proportion volumique ‘ml’)	Valeur (proportion massique ‘g’)
Ciment	0,448	1371
Poudre de verre	0,096	239
Superplastifiant	0,018	21
Eau	0,438	0,438

Chaque modèle a besoin d’être vérifié et validé pour qu’on puisse le généraliser après. Pour la validation des valeurs des caractéristiques de la pâte optimale obtenue, on a utilisé le test student.

Test student, également appelé test t est un test statistique paramétrique. L’emploi de ce test reste subordonné en général à deux conditions d’application importantes qui sont la normalité et le caractère aléatoire et simple des échantillons [Zerrouk, 2011].

Tableau 6.2. La validation de la pâte optimale

Réponses	Valeurs ciblés	Désirabilité (%)	Valeurs mesurées	Valeurs du modèle	Intervalle ($y_{mesure} = y_{modele} \pm \sigma$)	Observation
D (cm)	20	99,90	22	20,15	16,94 - 23,34	Vérifié
T (s)	30	99,92	32	30,14	19,80 - 40,42	Vérifié

On peut observer, que les valeurs des caractéristiques de la pâte optimale vérifient les conditions du test Student, qui stipule que la valeur mesurée doit appartenir à l’intervalle

$$[y_{modele} - \sigma ; y_{modele} + \sigma]$$

Avec :

– $\sigma = \sqrt{\text{Var}(\bar{x})}$: Est l’écart type des réponses ;

- t : Est la variable de Student, obtenue à partir de la table de Student pour un risque α fixé par l'expérimentateur.

6.3. L'analyse par le plan factoriel complet :

6.3.1. Résultats au mini-cône :

Nous présentons l'analyse des essais au mini-cône effectués sur les différentes compositions des mélanges des PAP par le plan factoriel complet.

C'est le même principe qu'auparavant sauf que le type du plan qui a changé.

- **Influence de la poudre de verre (PV) sur le diamètre d'étalement :**

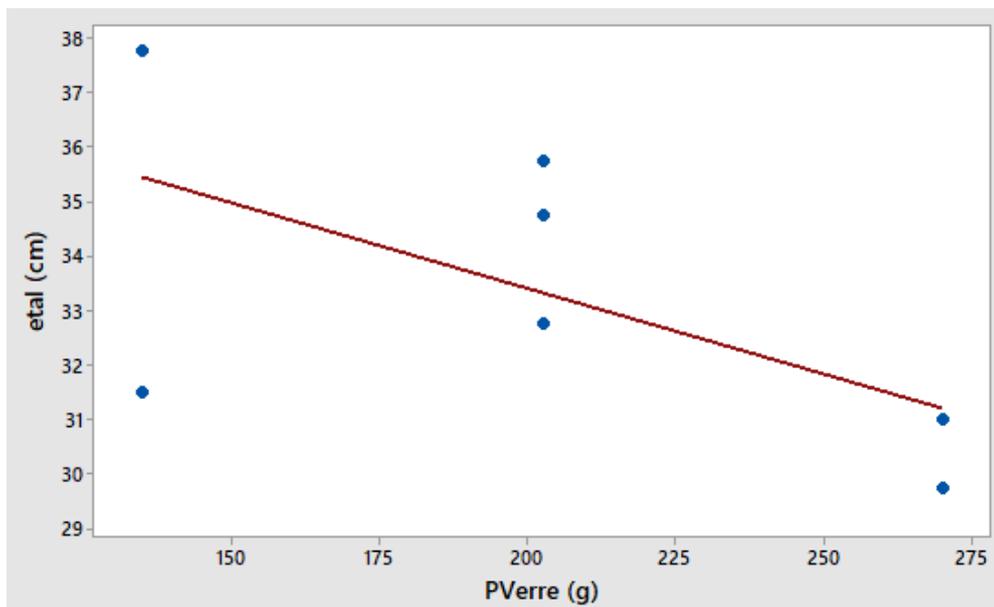


Figure 6.15. Le diamètre d'étalement en fonction de la PV

Le diamètre d'étalement et la poudre de verre ont une relation inversement proportionnelle car l'augmentation du dosage de la poudre provoque le rétrécissement du diamètre d'où la quantité de la poudre de verre joue un rôle négatif sur l'ouvrabilité des PAP, en conformité de ce qui a été observé avec le plan précédent.

- Influence du superplastifiant (SP) sur le diamètre d'étalement :

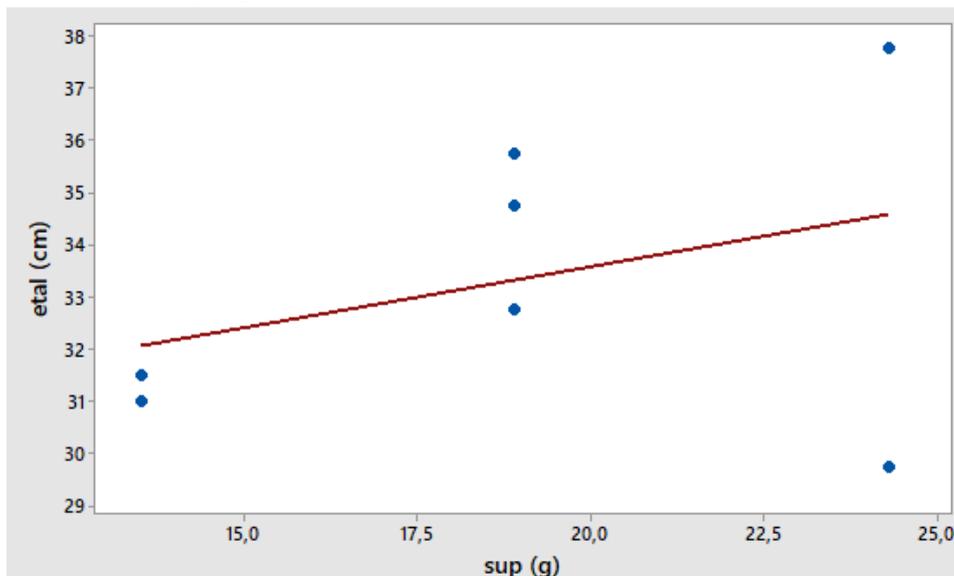


Figure 6.16. Le diamètre d'étalement en fonction du SP

D'après ce graphe présent, le diamètre d'étalement augmente lorsque le dosage du superplastifiant augmente.

Le trait de régression affirme la relation proportionnelle entre les deux variables (le diamètre d'étalement et le dosage de superplastifiant).

6.3.2. Résultats au cône de Marsh :

L'essai au cône de Marsh relie une consistance à un temps d'écoulement. Nous présentons l'analyse des essais effectués sur les différents mélanges obtenus lors de l'étude par le plan factoriel complet.

- Influence de la poudre de verre (PV) sur le temps d'écoulement :

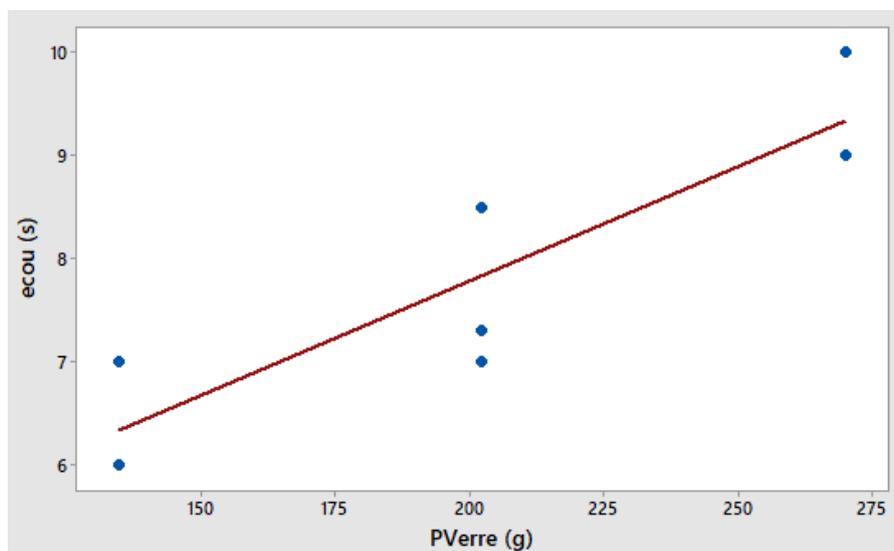


Figure 6.17. Le temps d'écoulement en fonction de la PV

Le temps d'écoulement et la poudre de verre ont une relation proportionnelle, où l'augmentation du dosage de la poudre de verre provoque un long temps d'écoulement ce qui influe négativement sur la viscosité de la pâte.

- **Influence du superplastifiant (SP) sur le temps d'écoulement :**

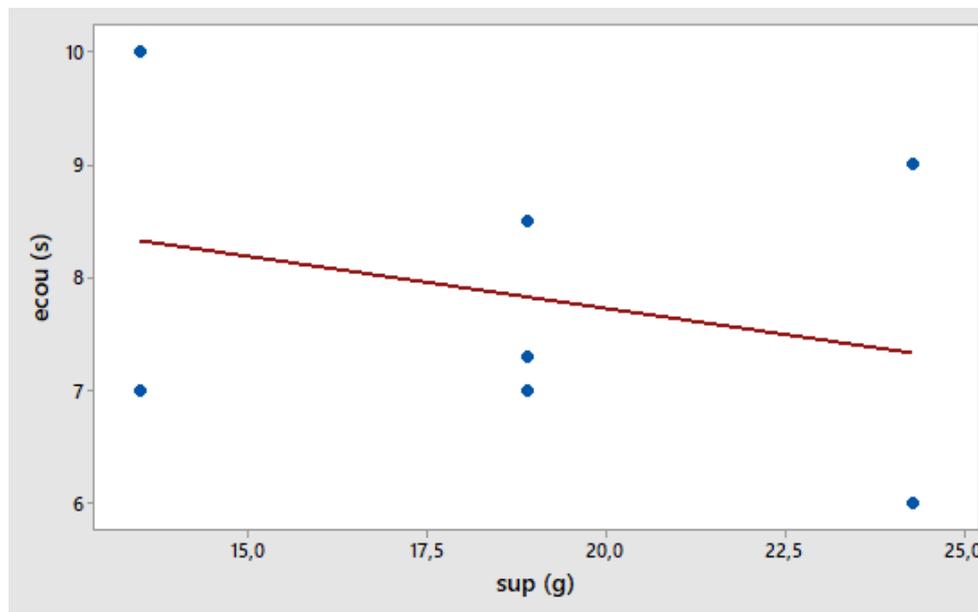


Figure 6.18. Le temps d'écoulement en fonction du SP

Le temps d'écoulement et superplastifiant ont une relation inversement proportionnelle où l'augmentation du dosage du superplastifiant engendre une diminution du temps d'écoulement.

Cette tendance est similaire à celle observée avec le plan de mélange, on peut reconduire alors les mêmes interprétations.

6.3.3. Diagrammes de surface de réponses :

Dans le cas d'un plan factoriel complet à deux niveaux, on peut bénéficier des diagrammes de surfaces de réponses.

La surface de réponses ou méthode des surfaces de réponses (MSR) est très utilisée en statistiques. Elle a pour objectif d'explorer les relations entre les facteurs dépendants et indépendants dans les expériences en général, pour notre cas ça va porter sur les mélanges des pâtes autoplaçantes.

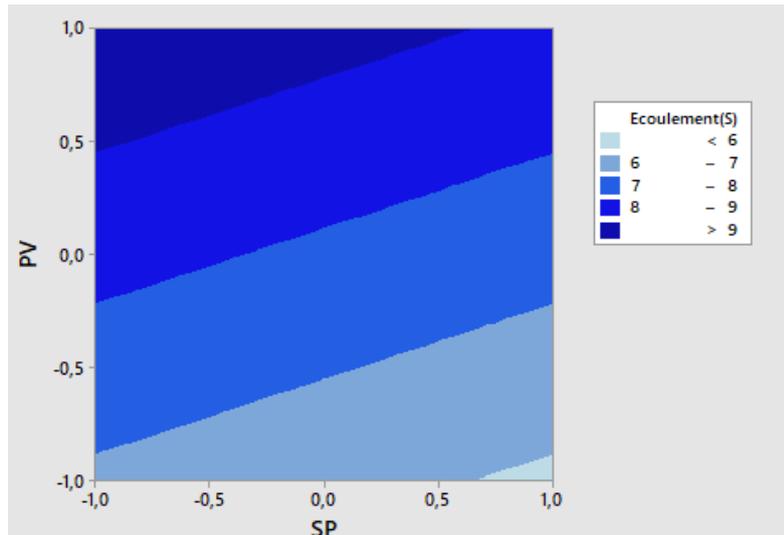


Figure 6.19. Le temps d'écoulement en fonction de la PV et SP

La figure (6.19) expose la variation du temps d'écoulement en fonction de la poudre de verre et le superplastifiant et on peut déduire que si on veut un temps d'écoulement réduit faut augmenter le dosage du superplastifiant et diminuer la quantité de la poudre de verre.

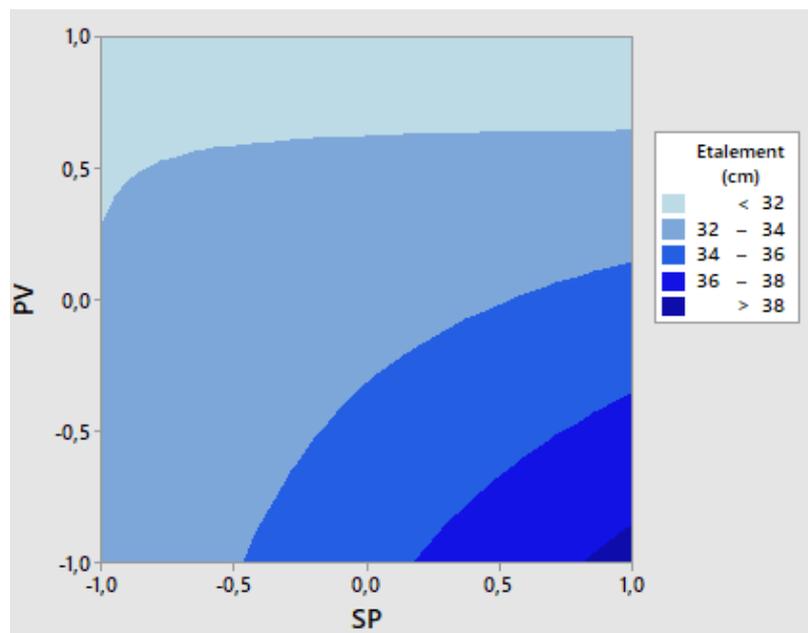


Figure 6.20. Le diamètre d'étalement en fonction de la PV et du SP

La figure (6.20) montre la variation du diamètre d'étalement en fonction du superplastifiant et la poudre de verre. On peut conclure que l'accroissement de la quantité de la poudre de verre provoque la diminution du diamètre et pour le superplastifiant c'est le contraire son augmentation provoque un plus grand diamètre d'étalement.

6.3.4. Modèle Obtenus:

A partir des essais rhéologiques (mini-cône et cône de Marsh) faites lors de la formulation des 7 pâtes autoplaçantes et avec l'aide du Minitab17 (outil informatique spécialisé dans les statistiques et les plans d'expériences), on a obtenu :

- **Modèle pour l'essai d'étalement :**

Les résultats obtenus sont les suivants :

Tableau 6.3. Signification des facteurs pour l'étalement

Termes	Coefficients
Constante	33,321
PV	-2,125
SP	1,250
PV*SP	-1,875

Donc le modèle sera sous la forme suivante :

$$\text{étalement} = 33,321 - 2,125 \text{ PV} + 1,250 \text{ SP} - 1,875 \text{ PV} * \text{ SP}$$

Et avec un $R^2=55,56\%$, qui est satisfaisant et donne déjà une idée sur la fiabilité du modèle.

A l'issu de ce modèle, on peut conclure ce qui suit :

- La PV avec son coefficient dominant et négatif indique qu'elle a un effet négatif sur la fluidité des pâtes et qu'il est prédominant ;
- Cet effet est suivi de celui du superplastifiant qui moins important mais positif pour l'ouvrabilité ;
- L'effet d'interaction entre le superplastifiant et la PV n'est pas des moindres tous en étant négatif. C'est dû éventuellement aux effets opposés de chacun.

Ces constats sont en harmonie avec le bon sens, ainsi que ceux énoncés précédemment. A mentionné, que ce plan a permis la détection des effets conjugués par la mise en valeur des interactions entre facteurs, contrairement au plan de mélange qui a été non concluant et donc les modèles obtenus ont été inexploitable ne permettant d'émettre aucune conclusion sur les interactions.

- **Le modèle pour l'essai d'écoulement :**

Les résultats obtenus sont :

Tableau 6.4. Signification des facteurs pour l'écoulement

Termes	Coefficients
Constante	7,829
PV	1,500
SP	-0,500
PV*SP	0

Le modèle pour cet essai est sous la forme suivante :

$$\text{écoulement} = 7,829 + 1,500PV - 0,500 SP \quad \text{Avec } R^2=73,40\%$$

Les constatations vont dans le même sens que ce qui a été dit jusqu'à présent. En effet, le superplastifiant reste toujours positif pour l'ouvrabilité, à l'opposé de la PV qui influe négativement, néanmoins elle a un effet prédominant. Concernant l'interactions de ces deux facteurs, elle est quasiment nulle, ce qui permet de conclure qu'il n'y a pas d'effet conjugué dans le cas de temps d'écoulement.

6.3.5. Fiabilité du modèle :

Dans le cas de ce type de plan d'expériences, on va faire la vérification par les deux tests :

Le principe du test Student est de vérifier si les réponses mesurées sont dans l'intervalle des réponses du modelé plus au moins le produit entre l'écart types et ti.

Le test de Fisher est le rapport entre variances.0.2

- **Validation du modèle d'essai d'étalement :**

$$\text{étalement (cm)} = 33,321 + 1,250 SP - 2,125 PV - 1,875 SP*PV$$

Ecart type du diamètre d'étalement : $\sigma = 2,65$ et $t = 0,43$

Tableau 6.5. Validation du modèle de l'étalement

N° de pâte	Valeur mesure	Valeur du modèle	Intervalle	Observation
01	31,50	32,321	31,18-33,46	Vérifié
02	37,75	38,571	37,43-39,71	Vérifié
03	31,00	31,821	30,68-32,96	Vérifié
04	29,75	30,571	29,43-31,71	Vérifié
05	35,75	33,321	32,18-34,46	Non Vérifié
06	32,75	33,321	32,18-34,46	Vérifié
07	34,75	33,321	32,18-34,46	Non Vérifié

On constate que seules la 5^{ème} et 7^{ème} pâtes, essais répétitifs du point central, ne vérifient pas la condition de Student.

Test de Fisher :

Le test de Fisher est un autre test statistique, où il fait partie d'un ensemble de tests appelé "test F". Il repose sur le calcul des variances (ajustées et mesurées).

$$F = \frac{\text{variance ajustée}}{\text{variance mesurée}}$$

$$\text{Var}(x) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{x})^2$$

n : nombre d'essais.

X_i : La valeur mesurée

\bar{x} : La moyenne

Pour notre cas, on a : $F = \frac{5,48}{7,04} = 0,77 = 77\% > 60\%$

• **Validation du modèle d'essai d'écoulement :**

Ecart type du temps d'écoulement : $\sigma = 1,28$ et $t=0.43$

Tableau 6.6. Validation du modèle de l'écoulement

N° de pâte	Valeur mesure	Valeur du modèle	Intervalle	Observation
01	7,0	6,829	6,279-7,379	Vérifié
02	6,0	5,829	5,279-6,379	Vérifié
03	10,0	9,829	9,279-10,379	Vérifié
04	9,0	8,829	8,279-9,379	Vérifié
05	7,0	7,829	7,279-8,378	Non Vérifié
06	8,5	7,829	7,279-8,378	Non Vérifié
07	7,3	7,829	7,279-8,378	Vérifié

On constate que la 5^{-ème} et 6^{-ème} pâtes ne vérifient pas la condition de Student.

Test de Fisher :

$$F = \frac{1,42}{1,64} = 0,86 = 86\% > 60\%$$

D'après le test de Fisher les deux modèles (étalement et écoulement) sont bons et valables.

6.4. Bilan :

L'analyse de l'influence des différents constituants seuls et conjugués sur l'écoulement et l'étalement des pâtes autoplaçantes, ainsi que l'étude des modèles mathématiques ont été réalisés et on peut conclure ce qui suit :

Pour le plan de mélange :

- La poudre de verre influe péjorativement sur la rhéologie des pâtes autoplaçantes où elle augmente le temps d'écoulement et diminue le diamètre d'étalement ce qui implique des pertes d'ouvrabilité ;
- Le superplastifiant compte à lui joue le rôle inverse de la poudre de verre où il diminue le temps d'écoulement et il augmente le diamètre d'étalement, ce qui implique une bonne ouvrabilité des pâtes autoplaçantes ;
- Le ciment a le même rôle que la poudre de verre, il influe négativement sur la rhéologie des PAP et son introduction à une grande quantité nécessite beaucoup plus d'eau pour atteindre les caractéristiques autoplaçantes ;
- Les modèles obtenus ne donnent aucune signification des constituants seuls ;
- Certains effets conjugués ont des significations et d'autre non avec des coefficients aberrant qui non aucun sens physique ;
- Les valeurs de R^2 sont très faibles (inférieur à 60%) ajouter à cela aberrance des coefficients, les modèles ont été jugés inexploitable ;
- L'approche par plan de mélange a permis la détermination de la pâte optimale répondant à nos attentes. Ceci constitue un point positif de cette approche surtout que les résultats expérimentaux étaient probants. Bien que la modélisation mathématique n'ait pas été concluante, l'optimisation quant à elle, elle a été donnée une entière satisfaction. Alors même si tous les objectifs n'ont pas été atteint (notamment les modèles), l'objectif principal qui est « l'obtention de pâte autoplaçante avec poudre de verre » a été entièrement atteint.

Pour le plan factoriel complet :

- L'augmentation de la quantité de la poudre de verre donne une pâte plus au moins ferme qui provoque un changement sur le comportement rhéologique des pâtes autoplaçantes ;
- Le superplastifiant est très important pour l'obtention des pâtes autoplaçante ;
- Les valeurs du test de Fisher montrent que les modèles sont fiables.

6.5. Conclusion :

Dans ce présent chapitre, on a pu analyser et interpréter les résultats obtenus lors des essais en élaborant les deux types de plans d'expériences (plan de mélange et plan factoriel complet) et on peut déduire que les modèles choisis pour le plan de mélange au début ne sont pas adaptés aux compositions des pâtes pour plusieurs raisons l'une d'elles est l'intervalle d'étude très réduit et aussi peut être le type de plan d'expériences qui n'est probablement inadapté pour les formulations.

D'où on a pu faire une autre approche et changer carrément le type du plan d'expériences pour voir si on pourra aboutir à des résultats et modèles satisfaisants ou pas. Notre choix était un plan factoriel complet à deux facteurs, où on s'est basé sur la fixation du volume d'eau et ainsi la quantité du liant (ciment + poudre de verre), et on a pu aboutir à des modèles de réponses plus au moins satisfaisante.

Conclusion Générale :

L'objectif principal de cette étude est d'optimiser une pâte autoplaçante à base de poudre de verre. La méthode des plans d'expériences a été adoptée pour concrétiser ce but. À préciser que ce travail s'insère dans l'optique d'approfondissement des connaissances des facteurs influents sur le comportement rhéologique des BAP, qui malgré les importants avantages qu'il procure, il reste sujet à beaucoup de problèmes liés à sa fluidité. La ségrégation et la non-stabilité constituent des freins à son essor et à une application plus élargie. Ces anomalies sont liées à une incompréhension approfondie de l'effet des différents paramètres de formulation sur la rhéologie du mélange. Cette rhéologie qui est essentiellement régie par la fluidité de la pâte. Les essais à l'échelle de pâte, en plus d'être accessible et facile, apporteront des réponses qui serviraient à une meilleure compréhension de l'origine des anomalies et donc une meilleure maîtrise de la formulation de ce type de béton qu'est le BAP.

Pour ce faire, on a entrepris une investigation expérimentale sur des pâtes autoplaçantes à base de poudre de verre en application d'un plan de mélange en premier lieu, suivi d'un plan factoriel complet. Le but était de voir l'influence des constituants sur le comportement rhéologique de la pâte à savoir le rapport le dosage du superplastifiant, le dosage du ciment ainsi le dosage la poudre de verre et aboutir à une pâte optimale. La caractérisation des PAP à l'état frais a été appréhendé par le biais de deux essais : essai d'écoulement au cône de Marsh et l'essai d'étalement au mini-cône. Ce sont des essais très simples à réaliser.

En effet, le comportement des pâtes autoplaçantes repose essentiellement sur ces paramètres de formulation (ciment, additions cimentaires, ajouts chimique et l'eau). Il a été montré que l'ajout des additions cimentaires influe négativement sur le comportement de la pâte ou leurs finesses, leurs dosages et leurs modes d'action entrent en jeu. En outre, l'ajout d'agent chimique augmente la fluidité des PAP.

Deux plans d'expériences ont été exécutés lors de cette recherche : l'un est le plan de mélange suivi d'un plan factoriel complet à deux facteurs. L'analyse des résultats obtenus a conduit aux conclusions suivantes :

- Concernant le plan de mélange :

- les quatre constituants de la pâte ont été considérés comme facteurs, notamment le ciment, la poudre de verre, le superplastifiant et l'eau. L'effet positif du superplastifiant est indéniable et ressort clairement ;

- la PV joue un rôle inverse et influe négativement sur la rhéologie de l'ensemble similairement au ciment. Son dosage optimal est autour de 17%, à ce dosage les performances rhéologiques escomptées sont atteintes ;

- une pâte optimale conforme a été obtenue et vérifiée constituant un point satisfaisant pour cette partie de travail, dont l'objectif d'atteindre des modèles mathématiques a été non concluant ;

- le plan de mélange a dégagé des anomalies entravant l'aboutissement à des modèles mathématiques fiables. Cela est attribué éventuellement au domaine expérimental extrêmement réduit à cause de contraintes, liant les différents intrants. On soupçonne aussi les fondements mêmes de ce type de plan. La dépendance des variables sème le doute sur les bases théoriques de ce type de plan et de la validité de ses résultats ;

- la dispersion des réponses dans un intervalle (domaine expérimental) très restreint a été difficile et a suscité beaucoup de questions et beaucoup de recherches pour définir la cause. Cette dispersion est probablement attribuée à la robustesse du superplastifiant. En effet, cet adjuvant présente parfois ce genre d'anomalie contraignante. Son effet est décrit comme étant non robuste quand les mélanges présentent une grande sensibilité aux simples petites variations du dosage de cet adjuvant. En effet, l'écartement de peu du mélange optimal par une légère augmentation ou diminution mène à des résultats rhéologiques catastrophiques aboutissant à des compositions trop fluides avec des problèmes de ségrégation, ou à l'inverse des pertes considérables d'ouvrabilité. À souligner, que ce phénomène est amplifié par l'étroitesse du domaine d'étude et il se dissipe (ou à une apparition moins flagrante) dans le cas de plan factoriel complet où le domaine expérimental est suffisamment large pour que la dispersion soit moins frappante.

- Plan factoriel complet :

- Ce plan est basé sur deux facteurs à deux niveaux, notamment la poudre de verre et le superplastifiant. Ces facteurs ont été choisis à l'issue des résultats du premier plan de mélange où les proportions de ces deux facteurs étaient faibles en comparaison avec ceux du ciment et de l'eau. À cet effet, ils ont été choisis pour mettre en exergue leurs influences.

- l'exécution de ce plan a été fructueuse et a permis l'obtention de modèles mathématiques probants.

- En plus des effets individuels (conformément à ceux mentionnés dans la première partie), un effet conjugué négatif de la PV et SP a pu être dégagé grâce à l'analyse des modèles obtenus.

Ce travail reste exploratoire. Sans être tout à fait concluant, il a le mérite d'avoir suscité pas mal de questionnements obligeant à aller vers des investigations plus poussées et a ouvert les voies vers plusieurs axes de recherche. La robustesse des superplastifiants, la finesse de la PV et bien d'autres points nécessiteraient d'être approfondis ultérieurement.

Pour conclure ce travail, on peut préconiser quelques recommandations pour des travaux ou recherches futurs :

- Établir un plan de mélange avec un domaine expérimental plus large et approfondir ses aspects théoriques notamment la dépendance des variables ;
- Faire varier le degré du modèle mathématique choisi ;
- Approfondir la corrélation entre le diamètre d'étalement et le temps d'écoulement ;
- Étudier la cinétique de l'étalement en suivant l'évolution du diamètre dans le temps ;
- Pousser la finesse de la PV et faire varier les superplastifiants afin d'appréhender leur influence.

Bibliographi

- **A. Yahia, 1997.** Rhéologie et performance des coulis de ciment destinés à la consolidation structurale d'ouvrages submergés. Thèse de Doctorat. Université de Sherbrooke.
- **Ablam ZIDOL, 2009.** Optimisation de la finesse de la poudre de verre dans les systèmes cimentaires binaires. Mémoire de Maîtrise. Université de Sherbrooke.
- **ASTM C 618, 1982.** American Society for Testing and Materials, standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete.
- **Baron, 1999.** Les bétons bases et données pour leur formulation. Livre. Edition Eyrolles.
- **BELGHARBI Amina, 2016.** Utilisation des plans expérience pour la formulation des pâtes cimentaires autoplaçants. Mémoire de Master. Université de Bouira.
- **Box, 1987.** Empirical model-building and response surfaces. Livre. Ed John Wiley & Sons.
- **C. HOINARD, 2008.** Les plans factoriels complets, Laboratoire de Biophysique et Mathématiques Faculté de Pharmacie de Tours. Cours.
- **C. Autier, 2013.** Etude de l'adjuvation des pâtes cimentaires par différents polycarboxylates: la mésostructure: un lien entre l'interaction organo-minérales et propriétés macroscopique. Thèse de Doctorat. Université de Montpellier.
- **C.HOINARD, 2005.** Modélisation et Optimisation, faculté des sciences pharmaceutiques. Livre. Tours.
- **Chen et Kwan, 2012.** Superfine cement for improving packing density, rheology and strength of cement paste. Cement and Concrete Composites. Article, volume 34, pp 1-10.
- **CYR et al, 2005.** Mineral admixtures in mortars : Quantification of the physical effects of inert materials. Cement and Concrete Research. Article, volume 35, pp 719-730.
- **CYR Martin, 1999.** Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires. Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse.
- **Domone et al, 1999.** Developments of the Two-Point Workability Test for High-Performance Concrete, Magazine of Concrete Research.
- **El-Berrak, 2005.** Contribution à l'étude de l'aptitude à l'écoulement des bétons autoplaçants à l'état frais. Thèse de Doctorat. Université de Toulouse 3.
- **Fabien Picaud, 2001.** Méthodologie Expérimentale : les plans d'expériences, Cours de plan d'expérience IUT CHIMIE 2ème année.

Reference Bibliographique

- **Flatt et al, 2004.** Toward a prediction of superplasticized concrete rheology. Materials and structures. Article, volume 37, pp 289-300.
- **Goupy. J, 1996.** La méthode des plans d'expériences – Optimisation du choix des essais et de l'interprétation des résultats. Livre. Ed Dunod.
- **Goupy. J, 2006.** Construire et interpréter un Plan d'expériences factoriel complet, Revue Modulad.
- **IDIR Rachida, 2009.** Mécanismes d'action des fines et des granulats de verre sur la réaction alcali-silice et la réaction pouzzolanique. Thèse de Doctorat. Université de Toulouse.
- **Jianwei et al, 2015.** Influence of superplasticizer on the rheology of fresh cement asphalt paste, Case Studies in Construction Materials. Article, volume 3, pp 9-18.
- **KAOUA Abdelhakim, 2008.** Détermination de modèles prédictifs des caractéristiques essentielles du béton de la région de M'sila (plans d'expériences). Mémoire de Magister. Université de M'sila.
- **KAWAI. T, 1987.** Non-dispersible Underwater concrete using polymers, International Congress on Polymers in Concrete, Brighton.
- **Khayat K., 1999.** Les Bétons Autonivelants, Les Bétons : Bases et Données pour leur Formulation. Livre. Edition Eyrolles, Paris, Troisième Tirage.
- **L. Creighton, 2005.** Introductions aux plans d'expériences, 3^{ème} édition, Dunod. Livre. Paris.
- **Lapasin, 1979.** Thixotropic behaviour of cement pastes. Cement and Concrete Research. Article, volume 9, pp 309-318.
- **MEBROUKI, BELAS, BOUHAMOU, 2008.** Contribution à la formulation d'une pâte autoplaçante à base de matériaux locaux. Article in Afrique Science Revue Internationale des Sciences et Technologie. Université de Mostaganem.
- **MENNAI Amor, 2013.** Contribution à l'étude rhéologique d'un béton à hautes performances local. Mémoire de Magister. Université de Skikda.
- **N. BOUDAUD, 2002.** Les plans factoriels fractionnaires. Revue. Université de technologie de Compiègne.
- **NA 5102, 2013.** Institut Algérien de Normalisation, Essais pour béton frais, essais d'affaissements. IANOR.
- **NA 774, 2006.** Institut Algérien de Normalisation, Essai pour béton durci. Résistance à la compression des éprouvettes. IANOR.

Reference Bibliographique

- **NA 774, 2014.** Institut Algérien de Normalisation, Mortier et coulis-Adjuvants pour béton: Définition, exigences conformité marquage et étiquetage. IANOR.
- **Nehdi et Rahman, 2004.** Estimating rheological properties of cement pastes using various rheological model for different test geometry, gap and surface friction. Article, volume 34, pp 1993-2007. University of Western Ontario.
- **NF EN 13236, 2019.** Comité Européen de Normalisation, Prescription de sécurité pour les produits superbasifs. AFNOR.
- **NF EN 15167-1, 2006.** Comité Européen de Normalisation, Laitier granulé de haut-fourneau moulu pour utilisation dans le béton, mortier et coulis: Partie 1: définitions, exigences et critères de. AFNOR.
- **NF EN 196-1, 2016.** Comité Européen de Normalisation, Méthodes d'essais de ciments: Partie 1: Détermination des résistances. AFNOR.
- **NF EN 196-6, 2018.** Comité Européen de Normalisation, Méthodes d'essais des ciments: Partie6: Détermination de la finesse. AFNOR.
- **NF EN 197-1, 2012.** Comité Européen de Normalisation, Ciment: Partie 1: Composition; spécifications et critères de conformité des ciments courants. AFNOR.
- **NF EN 450-1, 2012.** Comité Européen de Normalisation, Cendres volantes pour béton: Partie 1: Spécification et critères de conformité. AFNOR.
- **Papo et Piani, 2004.** Effect of various superplasticizers on the rheological properties of Portland cement pastes. Cement and Concrete Research. Article, volume 34, pp 2097-2101.
- **Papo, 1988.** Cumulated Index Medicus, U.S. Article, volume 30, pp108-113. Department of health and human services, national institute of health.
- **Park et al, 2005.** Rheological properties of cementitious materials containing mineral admixtures. Cement and Concrete Research. Article, volume 35, pp 842-849.
- **S. Meddahi, 2002.** A combination of spectral and finite elements for an exterior problem in the plane, Applied numerical mathematics. Livre. Elsevier.
- **Schwarz et al, 2007.** Electrical conductivity based characterization of plain and coarse glass powder modified cement pastes. Cement and Concrete Composites. Article, volume 29, pp 656-666.

Reference Bibliographique

- **Schwarz et Neithalath, 2008.** Influence of a fine glass powder on cement hydration : Comparison to fly ash and modeling the degree of hydration. Cement and Concrete Research. Article, volume 38, pp 429-436.
- **Shao et Coll, 2000.** Studies on concrete containing ground waste glass. Article. Cement and Concrete Research. Article, volume 30, pp 91-100.
- **Shi and Coll, 2005.** Characteristics and pozzolanic reactivity of glass powders. Cement and Concrete Research. Article, volume 7, pp 75-81.
- **Sofiane BELLIFA et al, 2014.** Influence des fillers calcaires sur la porosité et la distribution porale des pâtes autoplaçantes. Article de nature & technologie, volume 12, pp 60-66. Université de Tlemcen.
- **Utsi et al, 2003.** Relation with workability and rheological parameters, herd international RILM symposium on self-compacting concrete, RILEM publication SARL.
- **Vikan et al, 2007.** Correlating cement characteristics with rheology of paste. Cement and Concrete Research. Article, volume 37, pp 15502-1511.
- **Vivier, 2002.** Stratégies d’optimisation par la méthode des Plans d’Expériences, et Application aux dispositifs électrotechniques modélisés par Eléments Finis. Modélisation et simulation. Thèse de Doctorat. Université des Sciences et Technologie de Lille.
- **Yahia et al, 2005.** Rheological properties of highly flowable mortar containing limestone filler-effect of powder content and W/C ratio. Cement and Concrete Research. Article, volume 35, pp 532-539.

- **Yan et al, 2009.** “Self-compacting Steel Fibre Reinforced Concrete a Study about the Influence of Fibre Content and Concrete Composition”, 2nd International RILEM Symposium on Design, Performance and Use of Self- Consolidating Concrete SCC’2009, China.

Annexe A : Formulation des Pâtes préliminaires

La réalisation des essais est basée sur la méthode des volumes absolues.

$$\sum V_i = 1L = V_C + V_{PV} + V_{SP} + V_E = 1L$$

$$\frac{C}{\rho_C} + \frac{PV}{\rho_{PV}} + \frac{SP}{\rho_{SP}} + E = 1L$$

C	100%	95%	90%	85%	80%
PV	0%	5%	10%	15%	20%
SP	0%	1%	1.2%	1.4%	1.5%
E/C	0,3 -0,32- 0,35 -0,37- 0,4				

- 1^{ère} pâte : 100% de ciment

E/C	0.3	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1606.20	518.13
PV	0	0
SP	0	0
E	481.86	481.86

E/C	0.32	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1556.20	502.00
PV	0	0
SP	0	0
E	498.00	498.00

E/C	0.35	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1486.80	479.60
PV	0	0
SP	0	0
E	520.40	520.40

ANNEXE

E/C	0.37	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1443.90	465.80
PV	0	0
SP	0	0
E	534.20	534.20

E/C	0.4	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1384.00	446.40
PV	0	0
SP	0	0
E	553.60	553.60

- 2^{-ème} Pâte :95% de ciment, 5% de PV et 1% de SP

E/C	0.3	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1569.30	506.22
PV	78.50	31.40
SP	15.69	13.18
E	470.8	470.8

E/C	0.32	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1521.5	490.8
PV	76	30.00
SP	15.2	12.78
E	486.8	486.80

E/C	0.35	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1455.1	469.39
PV	72.75	29.00
SP	14.55	12.00
E	509.28	509.28

ANNEXE

E/C	0.37	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1413.90	456.12
PV	70.70	28.00
SP	14.14	11.00
E	523.14	523.14

E/C	0.4	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1356.4	437.56
PV	67.82	27.00
SP	13.56	10.85
E	542.56	542.56

- 3^{-ème} Pâte :90% de ciment, 10% de PV et 1.2% de SP

E/C	0.3	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1551.80	500.6
PV	155.18	62.00
SP	18.6	15.60
E	465.54	465.54

E/C	0.32	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1505.1	485.5
PV	150.51	60.00
SP	18.06	15.17
E	481.63	481.63

E/C	0.35	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1440.00	464.54
PV	144.00	57.60
SP	17.28	14.00
E	504.00	504.00

E/C	0.37	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1399.70	451.5
PV	139.97	55.90
SP	16.80	14.00
E	517.90	517.90

E/C	0.4	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1343.36	433.34
PV	134.33	53.00
SP	16.10	13.50
E	537.4	537.34

- 4^{-ème} Pâte : 85% de ciment, 15% de PV et 1.4% de

E/C	0.3	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1537.70	496.03
PV	230.65	92.00
SP	21.53	18.00
E	461.31	461.31

E/C	0.32	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1489.00	480.30
PV	223.35	89.20
SP	20.85	17.52
E	476.48	476.48

E/C	0.35	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1425.30	459.79
PV	213.80	85.20
SP	19.95	16.70
E	498.85	498.85

E/C	0.37	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1385.80	447.05
PV	207.82	83.10
SP	19.40	16.00
E	512.74	512.74

E/C	0.4	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1330.50	429.20
PV	199.57	79.80
SP	18.62	15.60
E	532.20	532.20

- 5^{-ème} Pâte :80% de ciment, 20% de PV et 1.5% de SP

E/C	0.3	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1520.20	490.40
PV	304.04	121.60
SP	22.80	19.10
E	456.06	456.06

E/C	0.32	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1475.30	475.92
PV	295.10	118.00
SP	22.13	18.50
E	472.10	472.10

E/C	0.35	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1412.80	455.7
PV	282.56	113.00
SP	21.19	17.10
E	494.50	494.5

E/C	0.37	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1373.90	443.22
PV	274.80	109.00
SP	20.60	17.00
E	508.34	508.34

E/C	0.4	
Constituants	Masse (g)	Volume (ml)
C	1319.50	425.6
PV	263.90	105.10
SP	19.79	16.00
E	527.80	527.80

Annexe B : Résultats complémentaires

- La matrice d'expérience du plan de mélange sous forme de proportion massiques et des pourcentages est sous l'aspect suivant :

N° d'essai	C (kg)	PV(Kg)	SP(Kg)	E(L)	PV%	SP%	E/C
1	1.395	0.225	0.024	0.440	16.129	1.469	0.315
2	1.364	0.250	0.024	0.440	18.328	1.475	0.323
3	1.395	0.250	0.015	0.437	17.921	0.940	0.313
4	1.395	0.243	0.015	0.440	17.384	0.945	0.315
5	1.386	0.250	0.015	0.440	18.041	0.946	0.318
6	1.395	0.250	0.024	0.430	17.921	1.447	0.308
7	1.395	0.246	0.015	0.439	17.652	0.943	0.314
8	1.390	0.250	0.015	0.439	17.981	0.943	0.315
9	1.390	0.246	0.015	0.440	17.711	0.945	0.316
10	1.395	0.250	0.020	0.434	17.921	1.194	0.311
11	1.395	0.238	0.024	0.435	17.025	1.458	0.312
12	1.395	0.234	0.020	0.440	16.756	1.206	0.315
13	1.380	0.250	0.024	0.435	18.123	1.461	0.315
14	1.375	0.250	0.020	0.440	18.184	1.208	0.320
15	1.380	0.238	0.024	0.440	17.216	1.472	0.319
16	1.388	0.245	0.020	0.438	17.618	1.202	0.315
17	1.392	0.235	0.022	0.439	16.872	1.335	0.315
18	1.376	0.247	0.022	0.439	17.970	1.338	0.319
19	1.392	0.247	0.018	0.437	17.770	1.071	0.314
20	1.392	0.244	0.018	0.439	17.500	1.073	0.315
21	1.387	0.247	0.018	0.439	17.829	1.074	0.316
22	1.392	0.247	0.022	0.434	17.770	1.325	0.312
23	1.388	0.245	0.020	0.438	17.618	1.202	0.315
24	1.388	0.245	0.020	0.438	17.618	1.202	0.315

- La matrice d'expérience du plan factoriel complet a deux facteurs sous forme de proportion massiques et des pourcentages est sous l'aspect suivant :

N° d'Essais	SP(g)	PV(g)	C(g)	E(g)	% PV	%SP
01	13,5	135	1215	432	10	1
02	24,3	135	1215	432	10	1,8
03	13,5	270	1080	432	20	1
04	24,3	270	1080	432	20	1,8
05	18,9	202,5	1147,5	432	15	1,4
06	18,9	202,5	1147,5	432	15	1,4
07	18,9	202,5	1147,5	432	15	1,4

Annexe C : Fiche technique du ciment

CEM II/A-L 42.5 N

Ciment Portland au Calcaire

CEM II

Présentation
Le **CEM II/A-L 42.5 N** est un Ciment Portland au Calcaire (CPC), certifié selon exigences et les normes en vigueur.

Domaine d'emploi
Le ciment **CEM II/A-L 42.5 N** de GICA est adapté pour les usages suivants :

- Travaux de fondation, souterrains, d'assainissement ;
- Génie civil (ouvrage et routes) ;
- Les bétons armés et non armés, préfabriqués ou précontraints, étuvés et auto étuvés ;
- Travaux de construction (logements, locaux commerciaux et industriels);
- Produits dérivés du ciments,

Recommandations spécifiques et générales

- Pour les travaux sous la pluie, par temps chaud, par grand vent ou par temps de gel utilisé des adjuvants normalisés et appropriés ;
- Les coulées doivent être régulières et continues par couches de faible épaisseur ;
- La hauteur de chute du béton ne peut pas dépasser 1 mètre de hauteur, de façon à éviter toute ségrégation. Au delà de cette hauteur, il est indispensable de prévoir l'utilisation d'une goulotte amenée à hauteur convenable, ou d'une cheminée d'alimentation ;
- Adapter la vibration du béton à sa consistance pour obtenir une compacité optimal sans ségrégation ;
- Veiller au respect des temps de prise lors de la livraison du béton frais.

COMPOSITION

	Oxide	Résid calcaire	Composant secondaire
Taux %	(80 à 94) %	Catégorie A (06 à 20) %	(De 0 à 5) %

PACKAGING

Sacs 50kg / Disponible en Vrac

CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES

	TEMPS DE PRISE	STABILITÉ
TEMPS	≥ 40 minutes	≤ 10 minutes

CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES

Résistance à la compression à 02j	Résistance à la compression à 28j
≥ 10.0 N/mm ²	≥ 42.5(N/mm ²) & ≤ 62.5(N/mm ²)

CARACTÉRISTIQUES CHIMIQUES

Teneur en sulfate (SO ₃)	Teneur en chlorure (Cl)
≤ 3.5 %	≤ 0.10 %

Certification




Recherchez nous sur







Groupes Industriels des Ciments d'Algérie (GICA)
Siège social : Route du Dar El Beïda Mettah 96 de Boudj, Algérie
Tél/Fax : +213(0) 25 45 51 96 / 213(0) 25 45 42 41
site web : www.gica.dz

Groupes Industriels des Ciments d'Algérie (GICA) 2019

Annexe D : Fiche technique du superplastifiant MEDAFLUID SF150

NOTICE TECHNIQUE

Version 03

Edition février 2017

2 1 2 6

MEDAFLUID SF 150

Conforme à la norme NA774 , NA 5102 et NA 5075

**Super plastifiant / Haut réducteur d'eau
Accélérateur de durcissement****Description**

Le **MEDAFLUID SF150** est un super plastifiant haut réducteur d'eau. Son utilisation dans le béton permet d'accélérer le durcissement du béton d'une manière significative.

Il est compatible avec tous les types de ciment et se dilue parfaitement dans l'eau de gâchage.

Domaines D'application

- Bétons préfabriqués
- Bétonnage par temps froid
- Coulis d'injection
- Bétons prêts à l'emploi
- Bétons pompés
- Bétons coffrage tunnel

Propriétés

Grâce à ses propriétés le **MEDAFLUID SF 150** permet:

Sur béton frais :

- Améliorer l'ouvrabilité à rapport E/C constant (pour un béton témoin ayant un slump de 3 à 8 cm **MEDAFLUID SF150** permet d'obtenir un slump de 12 à 15 cm)
- de diminuer la ségrégation
- Réduire le début de durcissement

Sur béton durci :

- Augmenter les résistances mécaniques
- Augmenter la cohésion granulats ciment

Designation	Rc (MPa)		
	1J	7J	28J
MEDAFLUID SF 150 (1.5%)	13	28,5	46,7

Résistances mécaniques en compression
(Béton confectionné sur chantier, dosé à 350 kg/m³.
E/C = 0,35 et All. = 11 cm

Caractéristiques :

- Aspect Liquide
- Couleur Marron
- pH 9,5 – 10,5
- Densité 1,19 ± 0,01
- Teneur en chlore <0, 1g/L
- Extrait sec 38%

Les renseignements donnés dans cette notice sont basés sur notre connaissance et notre expérience à ce jour. Il est recommandée de procéder à des essais de convenance pour déterminer la fourchette d'utilisation tenant compte des conditions réelles de chantier.



Granit
قرانيتكس

Zone Industrielle Oued Smar – BP85 Oued Smar – 16270 Alger

Tel : (213) 021 51 66 81 & 82

Fax : (213) 021 51 64 22 & 021 51 65 23

www.granitex.dz - E-mail: granitex@granitex.dz

**Mode D'emploi :**

Le **MEDAFLUID SF150** peut être ajouté dans la bétonnière ou dans les camions malaxeurs :

a) Dans la bétonnière il s'ajoute mélangé à l'eau de gâchage lorsque le béton est déjà mouillé avec 50 à 70% de l'eau de mélange et doit être suivi d'un malaxage d'environ 3 minutes.

b) Dans le camion malaxeur, le **MEDAFLUID SF150** est introduit dans la toupie à l'arrêt et malaxé à grande vitesse pendant environ 1 minute par mètre cube de béton.

Dosage :

A titre indicatif un dosage à 1.5% réduit le début de prise d'une heure (selon le type de ciment) par rapport au témoin :

Le dosage du **MEDAFLUID SF150** varie entre 1,0% et 1,5% du poids du ciment soit 0,85 à 1,25 litre pour 100 Kg de ciment.

Le dosage optimal doit être déterminé sur chantier en fonction du type de béton et des effets recherchés.

Conditionnement Et Stockage :

Le **MEDAFLUID SF150** est conditionné en bidons de 12 kg, fût de 270 kg, cubitenaire 1200 kg.

Délai de conservation :

une année dans son emballage d'origine, à l'abri du gel et de la chaleur.

Précautions D'emploi :

Manipulation non dangereuse.

Se référer à la fiche de données de sécurité disponible sur : www.granitex-dz.com

PV d'essais conforme aux normes, établi par le CNERIB en Mai 2007