

## **CHAPITRE III**

### **ESSAIS PRELIMENAIRES**

## CHAPITRE III- ESSAIS PRELIMINAIRES

### 1. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, le programme expérimental élaboré ainsi que la démarche suivie seront exposés. Pour chaque constituant, une large gamme de valeurs a été prise au départ, pour essayer d'avoir la plus large combinaison entre paramètres possible. Au départ, tous les constituants prennent chacun un intervalle de valeurs aussi large que possible, afin de ne négliger aucune combinaison possible de préparation des pâtes. Il s'agit d'établir une combinaison de mélange entre le ciment (C), le filler calcaire (F), le superplastifiant (Sp) et l'eau (E). La quantité de fines dans la pâte serait importante après substitution du ciment par les fillers calcaires (jusqu'à 40%), on n'utilisera pas d'agent de viscosité mais on se contente du superplastifiant, puisque le VISCOCRETE 20 HE agirait doublement : en tant que fluidifiant agissant favorablement sur l'ouvrabilité du mélange, puis par défloculation améliorant la viscosité globale du mélange lui évitant ainsi toute ségrégation.

Toutes les combinaisons entre ces constituants constituent un domaine d'étude, dans lequel le rôle de chaque constituant sera étudié.

L'objectif de cette démarche paramétrique est de définir un domaine formé par les proportions des constituants, à l'intérieur duquel nous cherchons *une viscosité maximale de la pâte de ciment et un seuil de cisaillement minimal*.

### 2. DEMARCHE EXPERIMENTALE

Les mélanges de pâtes issus des différentes combinaisons entre les constituants sont confectionnés. La préparation des matériaux est une étape primaire mais importante, il s'agit d'abord de préparer le liant (ciment + filler) dans lequel une portion de 0 à 40% de ciment est substituée par le filler calcaire, c'est à dire que le rapport  $F/(C+F)$  varie de 0 à 40%. La pâte est élaborée en passant successivement du mélange liquide composé de deux constituants (E+Sp) au mélange complet à quatre constituants (E + Sp + C + F).

En réalité, il s'agit globalement de deux constituants principaux : un constituant liquide formé par l'eau (E) et par le superplastifiant (Sp) et un constituant solide composé de ciment (C), du filler calcaire (F) mais aussi d'autres constituants insolubles et non visible tels que la pouzzolane naturelle ajoutée au clinker lors du broyage et l'extrait sec du superplastifiant.

Or, en voulant faire varier le constituant liquide seul tout en gardant le constituant solide constant, on s'aperçoit que celui-ci varie en fonction du dosage en superplastifiant, puisqu'il contient 40% d'extrait sec. Un autre paramètre doit être pris en considération en conséquence, c'est la concentration volumique en solides du mélange pâte de ciment. Elle est définie par le rapport du volume de tous les solides de la pâte sur le volume total :

$$\Gamma = \frac{V_{solides}}{V_{total}} \quad (3.1)$$

En fonction du rapport E/L (Eau/liant), l'équation (3.1) s'écrit :

$$\Gamma = \frac{Y}{Y + \frac{E}{L}} \quad \text{avec} \quad Y = \left[ \frac{1-p}{dc} - \frac{p}{da} \right] \quad (3.2)$$

Où ( $p$ ) est le taux de substitution, ( $dc$ ) et ( $da$ ) sont respectivement les densités du ciment et de l'addition (filler calcaire dans notre cas)

Aussi, le ciment utilisé contient des fillers pouzzolaniques de l'ordre de 20% (entre 16 et 19%) injectés lors de sa fabrication dans la phase de broyage du Clinker, le taux des fillers calcaires varie de 0 à 40% maximum en remplacement du ciment ; cela veut dire qu'en tenant compte de ce taux et de celui présent dans le clinker, les fines atteindront 60% (fines pouzzolaniques et fines calcaires).

Le dosage en superplastifiant sera pris entre les extremums 0.5% et 3%, valeurs préconisée par le fabricant, mais on s'intéressera particulièrement aux dosages plus raffinés autour de 1% conformément à ce qui a été trouvé dans la littérature.

Les quantités d'eau sont représentées par le rapport eau/liant (E/L), ces quantités varieront pour la préparation des pâtes entre les valeurs 0.22, .024, 0.30, 0.35 et 0.40.

Le tableau 3.1 ci-dessous donne les compositions récapitulées des constituants utilisés.

Tableau 3.1 : composition des pâtes étudiées

Ciment %	100	95	90	85	80	75	70	60
Filler calcaire en substitution au ciment %	0	5	10	15	20	25	30	40
Eau / liant (E/L) %	0.22 - 0.24 - 0.30 - 0.40							
Superplastifiant (Sp) %	0	0.5	1	1.2	1.3	1.5	2	3

### 3. METHODE UTILISEE POUR LA FORMULATION DE LA PATE

Dans le but de trouver une formulation donnant un béton autoplaçant, une étude préalable sur pâte peut être effectuée afin de diminuer les quantités de matériaux à manipuler, puisqu'il est plus facile pour l'expérimentateur de manipuler quelques dizaines de grammes de pâtes que quelques kilogrammes de béton.

Il s'agit de faire varier les quantités pondérales de chaque paramètre de composition pour former des pâtes de ciment, sur chaque pâte ainsi élaborée, nous aurons d'abord à vérifier si la mesure est possible : en cas de pâte sèche ou ferme, l'écoulement serait quasiment impossible, dans le cas contraire, c'est le cas d'une pâte liquide où le rapport E/C est grand, l'aspect visuel est primordial quant à la poursuite des essais (une fois la pâte confectionnée, elle est mise dans un tube en verre pour observation, après décantation, elle pourrait subir une ségrégation se manifestant par une séparation entre la phase liquide et la phase solide du mélange). Après l'aspect visuel, nous aurons à effectuer les mesures d'ouvrabilité en déterminant les diamètres d'étalement au mini cône et du temps d'écoulement d'un volume donné de pâte au cône de Marsh.

Dans ce qui suit, nous exposons la démarche expérimentale déjà utilisée par des chercheurs du Laboratoire Matériaux et Durabilité de Construction (L.M.D.C) de l'I.N.S.A, Université Paul Sabatier de Toulouse. Nous pensons que cette méthode serait issue de la méthode basée sur l'optimisation de la pâte (§ 2.3 2) développée par Oh et al [Oh 1999].

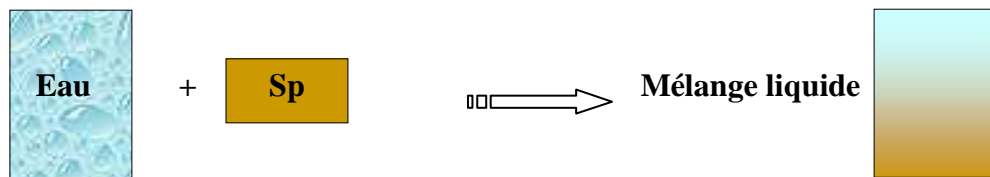
Au début, nous fixons des intervalles aussi larges que possibles, dans lesquels varient chaque paramètre de composition (Ciment, Filler en substitution, Superplastifiant et Eau) : le pourcentage massique ou volumique de chaque paramètre est alors déterminé.

La procédure jusqu'à l'obtention du mélange pâte, partant du mélange liant (Ciment + Filler substitué) est donnée par la figure 3.1.

1<sup>ère</sup> étape, mélange à sec :



2<sup>ème</sup> étape, mélange des liquides :



3<sup>ème</sup> étape, ajout du liant au liquide durant le malaxage (Cf. tableau II. 10, Ch II):

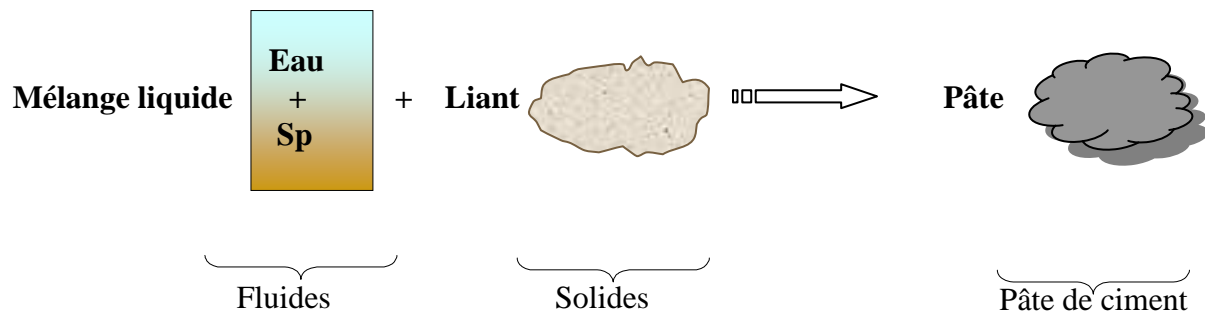


Figure 3.1 : Approche expérimentale

Des pâtes de ciment seront confectionnées à partir des combinaisons entre les constituants de base (ciment, filler calcaire, eau et superplastifiant). En commençant du mélange fluide (E+Sp), la pâte est élaborée par ajout de suspensions solides provenant du ciment et du filler (C+F), la procédure de malaxage est celle donnée par le tableau II. 10 (Chapitre II).

Le but de ces mélanges est d'obtenir un intervalle de valeurs correspondant aux proportions des matériaux à l'intérieur duquel les réponses sont mesurables. Il s'agit d'un domaine expérimental qui sera délimité grâce à l'aspect visuel (observation des éventuelles ségrégations ou auréoles de laitance autour des galettes des pâtes) en plus de l'analyse des

résultats des mesures des diamètres d'étalement au mini-cône et des temps d'écoulement au cône de Marsh, cette analyse peut se faire en convertissant les résultats des essais en courbes de variations de chaque réponse en fonction des paramètres de composition ou encore mieux, en courbes iso-paramétriques.

L'étape suivante consiste à mettre en équations les conditions relatives à chaque paramètre en tenant compte du domaine expérimental précédemment délimité, ce sont des inéquations présentant les variations en proportions massiques des composants (C, F, Sp et E/L). Plusieurs combinaisons sont alors possibles, et afin de réduire le nombre d'expériences, de tenir compte des éventuelles interactions entre ces paramètres et de pouvoir étudier l'influence de chaque paramètre à part, le recours à la méthode des plans de mélange serait un choix judicieux. Dans ce cas, nous aurons non seulement à comprendre l'algorithme de résolution et de traitement des données se basant sur des critères d'optimisation, mais aussi de choisir un logiciel convenable au cas étudié, tenant compte du nombre de paramètres et des exigences de l'expérimentateur. Ces logiciels comportent, en général, les chapitres suivants **[Gou 1988]**:

- Construction des plans d'expériences : plans factoriels complets, plans factoriels fractionnaires, plans à plus de deux niveaux (surface de réponse), plans de mélanges, plans D-optimaux ;
- Interprétation : calcul des effets, des interactions, des coefficients du modèle mathématique, modélisation, calcul des réponses prédites, analyse des résidus ;
- Représentations graphiques : diagramme des effets, diagramme des interactions, diagramme des résidus, diagramme de Daniel, courbes iso-réponses en 2-D ou 3-D

En fin du traitement informatique, une composition optimale d'une pâte est donnée. Il s'agit des valeurs volumiques des constituants de base (C, F, Sp et E), qui forment une pâte aux propriétés autoplaçantes.

Partant du principe que les propriétés autoplaçantes d'un béton viennent de celles de la pâte (Saak & al., 2001) **[Saak 2001]**, (Møtsell & al., 1996) **[Møtsell 1996]** et (El-Barrak & al., 2009) **[El-Barrak 2009]**. Dans l'étape d'après on passera de l'échelle de la pâte à l'échelle du béton. En effet, le béton étant formé d'une phase fluide (pâte) et d'une phase solide (sable et graviers), un béton autoplaçant peut donc être obtenu en injectant les granulats de rapport G / S (Gravier/Sable) choisi à la pâte autoplaçante de formulation précédemment élaborée.

Cependant, ces granulats présentent une certaine capacité d'absorption d'eau, ils puisent alors l'eau de composition de la pâte qu'il faut impérativement remplacer pour l'équilibre. La

figure suivante montre le schéma de principe explicatif de la démarche à suivre pour l'élaboration d'un béton autoplaçant.

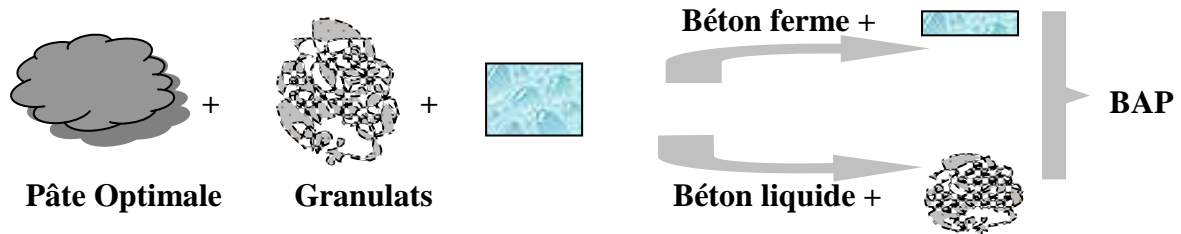


Figure 3.2 : Schéma descriptif de la démarche expérimentale

Après avoir injecté une quantité de granulats (sable et graviers) constituant le squelette solide, on équilibre en malaxant le mélange par ajout de la même quantité d'eau pouvant être absorbée par ces granulats, on observe l'aspect du béton ainsi obtenu. Si le mélange est ferme, on ajoute une quantité d'eau, si au contraire, le mélange est liquide, on ajoute alors une quantité de granulats, et ainsi de suite jusqu'à ce que l'aspect général du béton apparaisse fluide et ne présentant pas de ségrégation. Dans ce type de procédure, on fait appel à l'habileté et au bon sens de l'expérimentateur. C'est par observation qu'on juge de s'arrêter ou de continuer à ajouter simultanément de l'eau ou des granulats en prenant le soin d'enregistrer le cumul des quantités ajoutées. Une fois la procédure achevée, on remontera en sens inverse pour élaborer le béton avec les quantités des composants trouvés. On vérifiera ses propriétés auto-plaçantes par les essais d'ouvrabilité, de fluidité et de ségrégation recommandés par l'AFGC.

Le choix des intervalles des valeurs attribués à chaque composant est basé sur ce qui a été trouvé dans notre analyse bibliographique. Le tableau 3.2 illustre les mécanismes d'action des différents constituants [El-Barrak 2005].

Tableau 3.2 : Rôles des principaux paramètres sur l'écoulement et la formulation

Constituants et paramètres principaux	Rôles principaux dans la formulation	Influence sur le seuil de cisaillement et la viscosité
Eau (E)	Fluidité et hydratation (lié à la concentration volumique en solides et au rapport E/C)	Diminution
Ciment (C)	Liant (lié à la concentration volumique en solides et au rapport E/C)	Augmentation
Concentration volumique en solides	Encombrement, plus de friction entre les particules	Augmentation
Granulats	Réduction du coût du béton, performances mécaniques variables selon type	Selon type
Additions minérales	Optimisation du squelette granulaire du béton, avantages environnementaux et économiques	Selon type (demande en eau)
Fillers calcaires (F)	Amélioration de l'écoulement au dessous du dosage critique	Dépend du dosage
Superplastifiant (Sp)	Défloculation et dispersion des particules de ciment	Diminution

Le paramètre eau (E) intervient à la fois en tant que tel, en tant que facteur du rapport E/C et aussi dans la concentration volumique en solides. Il a une importante influence sur les caractéristiques mécaniques du BAP aussi bien à l'état frais (fluidité et écoulement) qu'à l'état durci (résistances mécaniques et durabilité). Son rôle devient plus important lorsqu'il s'agit des mélanges de pâtes de ciment, dans ce cas des petites variations de valeurs engendrent des modifications rhéologiques considérables [Svemoval 2003].

#### 4. TOLERANCES SUR LES MESURES

Pour la mesure des erreurs expérimentales, un mélange de pâte a été choisi et préparé en quantité suffisante, afin d'effectuer plusieurs fois les mesures des diamètres d'étalement au mini-cône et des temps d'écoulement de 150 ml de pâte à l'aide du cône de Marsh, dans les mêmes conditions expérimentales. La répétition du même essai plusieurs fois permet d'estimer les erreurs types sur les réponses rhéologiques. Le tableau 3.3 présente les valeurs des écarts type calculés pour chaque réponse rhéologique.

Tableau 3.3 : Écarts type calculés sur les réponses

Composition du mélange	Réponse rhéologique	Valeur de l'écart-type
$F/(C+F) = 15 \%$ $Sp = 1.2 \%$ $E = 0.24$ $\Gamma = 0.57$	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Diamètre d'étalement (cm)</li> <li>• Temps d'écoulement (s)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 0.5 cm</li> <li>• 0.2 s</li> </ul>

#### 5. VALEURS RHEOLOGIQUES EXTREMUMS

Le mélange pâte d'une combinaison donnée ne peut en aucun cas, avoir un diamètre d'étalement au mini-cône supérieur à celui d'un mélange liquide seul (composé d'eau et de superplastifiant), la pâte de ciment ne peut avoir une fluidité supérieure à celle du mélange liquide, nous rappelons que le diamètre d'étalement est mesuré après 1 minute écoulée après que le mini-cône ait été levé du support horizontal. Aussi, l'écoulement de ce mélange liquide aurait un temps d'écoulement au cône de Marsh le plus court de tous les mélanges pâtes (temps correspondant à l'écoulement à travers l'entonnoir du même volume liquide ou pâte de 150 ml).

Ces valeurs  $D_{\text{étal}} = 31 \text{ cm}$  et  $T_{\text{écoul}} = 3 \text{ s}$ , obtenues grâce au test de l'eau, constituent des valeurs extrêmes délimitant tous les résultats des essais d'ouvrabilité et de fluidité de toutes les pâtes confectionnées et dont les valeurs sont mesurables.

## 6. RESULTATS ET ANALYSE

Sur l'ensemble des combinaisons possibles, certaines ont abouti à des mélanges de caractéristiques rhéologiques non mesurables. C'est le cas par exemple des pâtes fermes où l'étalement au mini cône n'a pas pu être mesuré, la pâte ayant formé un cône fissuré donc pas suffisamment liquide, l'écoulement au cône de Marsh n'a pas eu lieu. Dans de pareils cas, les réponses *diamètre d'étalement* et *temps d'écoulement* ne seront pas déterminées, les proportions des facteurs de composition (C, F, Sp et E) seront exclues du domaine d'étude.

Il est nécessaire de préciser que certaines pâtes ont présenté des ségrégations que l'on a pu observer visuellement, lorsqu'on a mis une quantité de pâte dans un tube en verre : il y a eu séparation entre la phase liquide et la phase solide, les suspensions liquides surnagent celles des solides (composées essentiellement de ciment et de filler calcaire), celles-ci de densités supérieures se déposent au fond du tube ; dans de pareils cas les mesures rhéologiques n'ont pas été prises.

D'un autre côté, pour d'autres pâtes, il n'y a pas eu ségrégation, mais les mesures rhéologiques n'étaient pas possibles, c'est le cas des pâtes fermes (à l'état pulvérulent) ou plastiques (la pâte ne s'étale pas, mais prend la forme du cône lorsque celui-ci est soulevé) ; dans ce cas, les proportions de ces mélanges sont exclus de l'étude. Les figures suivantes, montrent des exemples de rejets des mélanges de pâtes de ciment.

La figure 3.3 montre des exemples de pâtes élaborés dans le cadre des essais préliminaires. Lorsque la quantité d'eau est insuffisante ( $E/L = 0.22$ , taux de fillers substitué est de 30%), la pâte formée est sèche et aucune mesure n'a pu être effectuée (Fig.3.3-a).

Dans la Fig. 3.3-b, on peut observer une pâte d'allure plastique ne pouvant pas s'écouler (Fillers = 10%,  $E/L = 0.23$  et  $Sp = 1\%$ ).



(a)

(b)

Figure 3.3 (a et b) : Aspects visuels des pâtes confectionnées

Contrairement aux précédents cas, nous avons obtenu des pâtes fluides et capables de s'écouler sous leurs propres poids, mais présentant une couche superficielle blanchâtre synonyme de ségrégation entre les phases liquides et solides du mélange ( $F = 15\%$ ,  $E/L = 0.24$  et  $Sp = 1.5\%$ ). Pour d'autres cas, la pâte est bien formée mais la ségrégation était observée lors de l'essai d'étalement : des bulles apparaissent à la surface de la galette et un halo de laitance entourait la pâte (Fig.3.3-c).

Au final, la Fig. 3.3-d montre une pâte parfaitement formée et homogène, ne présentant aucune anomalie, retenue par les mesures des diamètres d'étalement et des temps d'écoulement au cône de Marsh ( $F = 15\%$ ,  $E/L = 0.24$  et  $Sp = 1.2$ ).

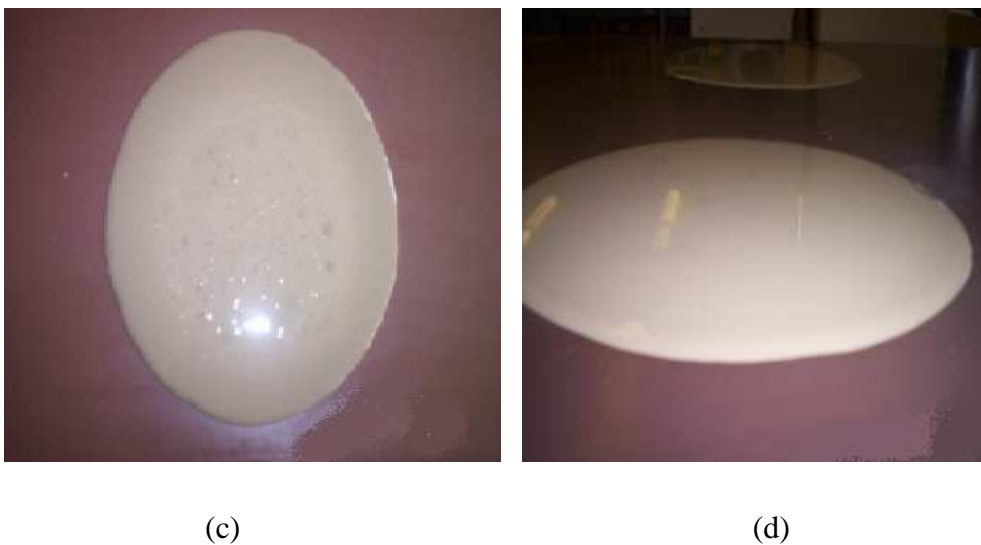


Figure 3.3 (c et d) : Aspects visuels des pâtes confectionnées

A travers les multiples combinaisons entre les paramètres de combinaison, nous cherchons à obtenir des mélanges répondant à eux critères simultanés : *une viscosité apparente maximale et une résistance au cisaillement minimale*. Puisque nous n'utilisons pas d'appareils à mesures directes de ces deux paramètres tels que les rhéomètres, ces deux critères peuvent être contrôlés par le biais des diamètres d'étalement mesurés au mini-cône et des temps d'écoulement d'un volume fixe de pâte de ciment mesurés au cône de Marsh, les travaux de (Sonebi & al., 2008) [Sonebi 2008], de (Toutou & al., 2005) [Toutou 2005] et de (Zerbino & al., 2009) [Zerbino 2009] ont montré l'existence d'une relation de corrélation entre le diamètre d'étalement et la résistance au cisaillement et entre le temps d'écoulement mesuré au cône de Marsh et la viscosité. Dans d'autres études, il a été montré que le cône de Marsh pourrait être utilisé comme viscosimètre [Lerov 2005], et que le temps d'écoulement et le temps d'étalement d'une pâte de ciment peuvent être utilisés pour déduire les

caractéristiques rhéologiques des pâte et que ces caractéristiques sont représentatifs pour les bétons autoplaçants formés à partir de ces pâtes [Tregger 2008].

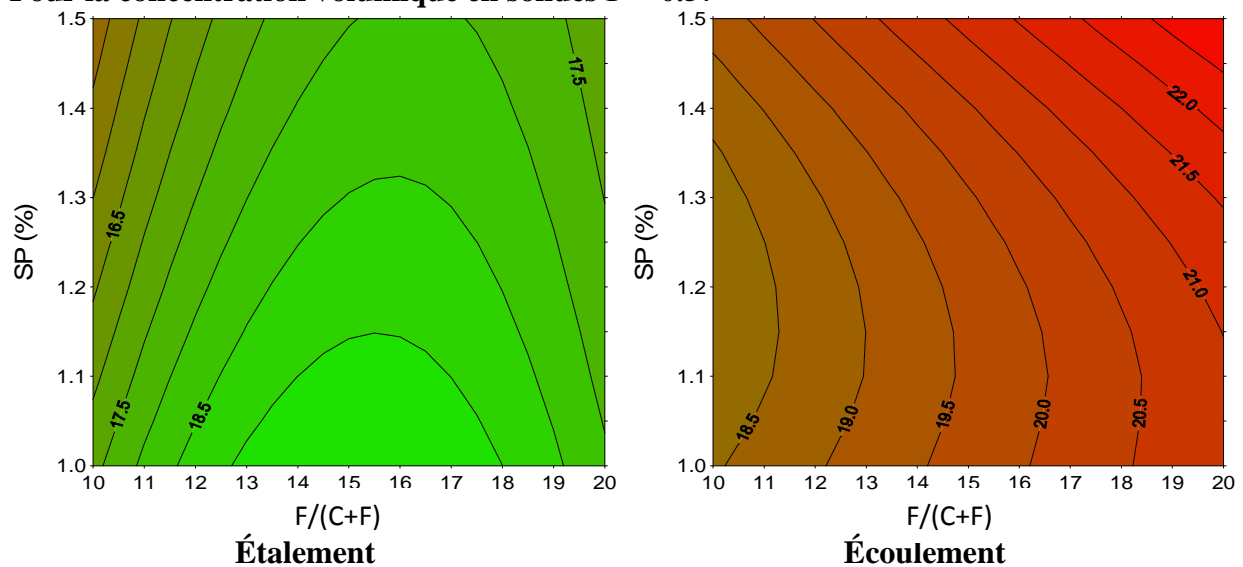
Cela veut dire qu'à partir des mesures effectuées par de simples appareils de mesure tels que le mini-cône et le cône de Marsh, on peut délimiter les zones dans lesquelles seront vérifiés à la fois, une viscosité élevée et un seuil de cisaillement minimal, ces essais sont considérés comme essais préliminaires qui consistent à éliminer toutes les combinaisons entre paramètres de composition ne vérifiant les conditions préalablement établies.

Afin de faciliter la compréhension de l'influence des paramètres de composition sur les réponses rhéologiques, nous avons tracé des courbes surfaciques dites iso-réponses. La figure III. 4 donne la variation des diamètres de l'étalement en fonction de la variation du taux du superplastifiant (Sp %) et du taux de substitution des fillers calcaires (F/(C+F)) pour des valeurs de concentration volumique en solides ( $\Gamma$ ) valant 0.57, 0.58 et 0.57. Les taux de substitution des fillers inférieures à 10% et supérieures à 20% ainsi que les valeurs du superplastifiant inférieures à 1 % et supérieures à 1.5 % ne sont pas représentées dans la figure III. 4, les pâtes élaborées à l'intérieur de ces domaines sont qualité indésirable.

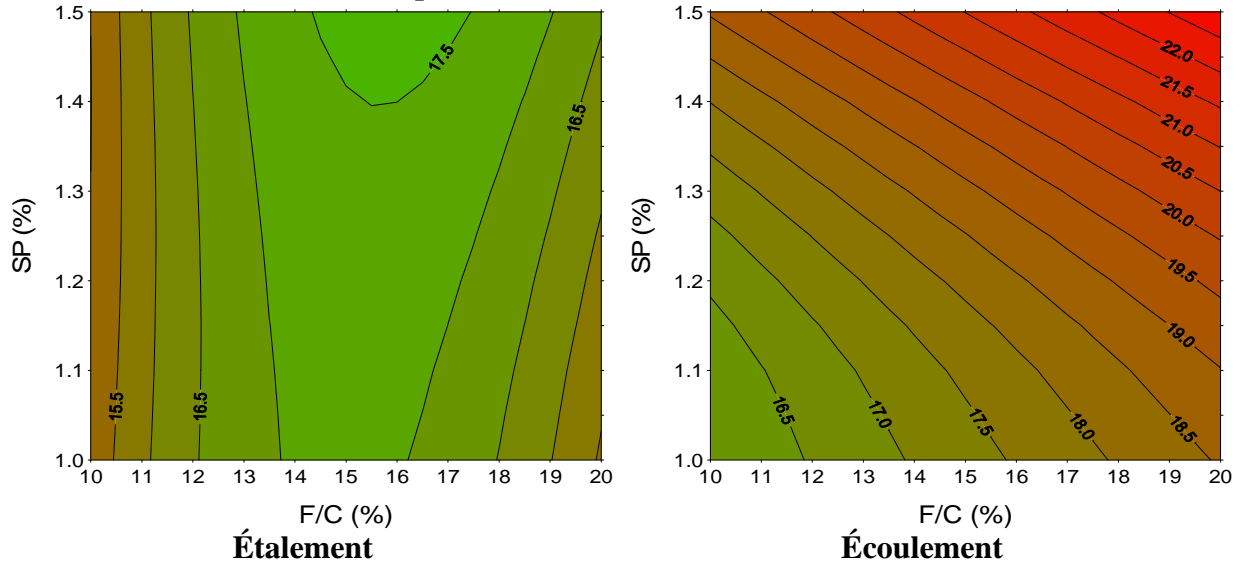
Pour les courbes de l'étalement, les valeurs adéquates issues des pâtes de fluidité convenables (diamètres mesurables sans ségrégation et donnant un faible seuil de cisaillement) se trouvent dans les zones colorées en vert, alors que la zone colorée en rouge regroupe les grandes valeurs du seuil de cisaillement.

Pour les courbes de l'écoulement, les zones rouges représentent les valeurs de faibles viscosités, les valeurs de viscosités intéressantes pour notre étude sont représentées en couleur verte.

**Pour la concentration volumique en solides  $\Gamma = 0.57$**



**Pour la concentration volumique en solides  $\Gamma = 0.58$**



**Pour la concentration volumique en solides  $\Gamma = 0.59$**

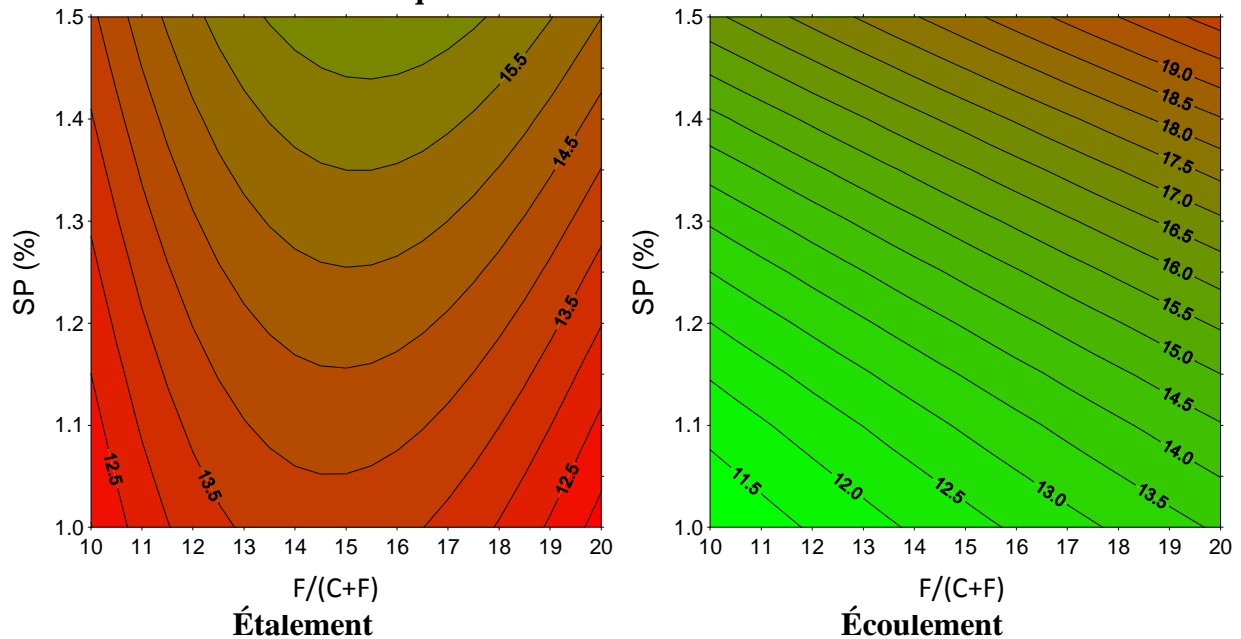


Figure 3. 4 : variations des réponses en fonction des paramètres de composition

En superposant les courbes d'étalement sur celles de l'écoulement, on peut limiter les zones assurant simultanément un faible seuil cisaillement et une viscosité maximale.

Le tracé de ce genre de courbe permet d'observer clairement l'influence des paramètres superplastifiant "Sp" et taux de substitution des fillers calcaires au ciment "F/(C+F)" ainsi que leur influence simultanée. En effet, en plus des constats visuels effectués sur les pâtes lors du déroulement des essais expérimentaux, les meilleurs résultats obtenus se situent à l'intérieur d'un domaine expérimental formé des paramètres de compositions suivants :

- ✓  $10\% \leq F/(F+C) \leq 20\%$
- ✓  $1.1\% \leq Sp \leq 1.3\%$
- ✓  $0.24 \leq E \leq 0.30$
- ✓  $0.57 \leq \Gamma \leq 0.59$

Les valeurs trouvées sont conformes à ceux des travaux antérieurs qui ont montré que l'augmentation du taux de filler qui est proportionnel à l'augmentation de la concentration volumique en solide engendrait l'augmentation du seuil de cisaillement (figure 3.5) [Touotou 2005].

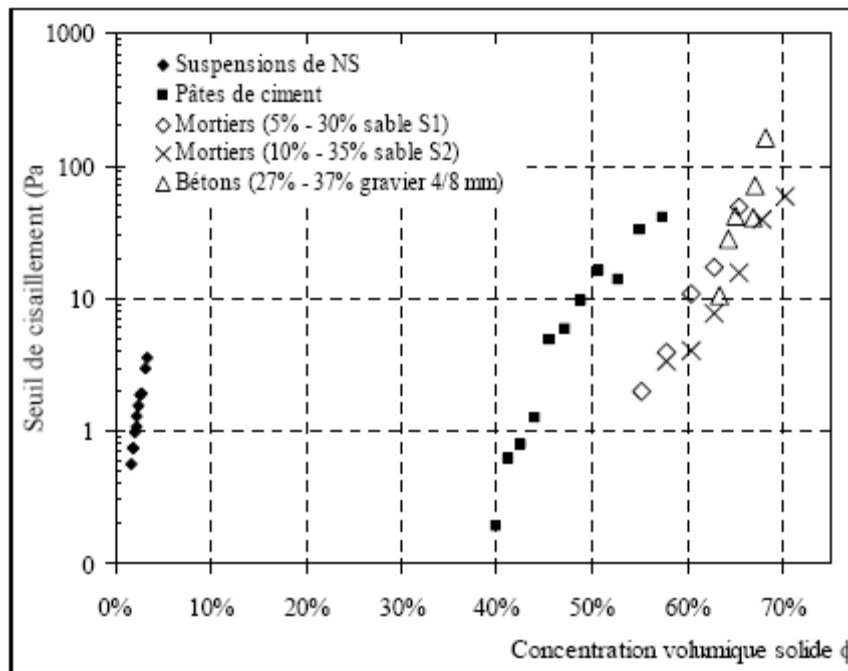


Figure 3. 5 : Seuil de cisaillement en fonction de la concentration volumique en solide

## 7. BILAN

Des pâtes de ciment ont été confectionnées à partir des suspensions fluides, plusieurs combinaisons entre les paramètres de composition ont été étudiées, ces mélanges ont servi aux mesures des diamètres d'étalement au mini-cône et des temps d'écoulement au cône de Marsh. Il a été constaté ce qui suit :

- ✓ La combinaison entre aspect visuel avant d'effectuer les mesures (éventuelle ségrégation observée au tube en verre) et celui lors des mesures a permis d'éliminer certaines combinaisons et de définir un domaine expérimental à l'intérieur duquel les aspects sont acceptables et les mesures sont possibles.
- ✓ Un nouveau paramètre physique a été défini, il s'agit de la concentration volumique en solide ( $\Gamma$ ) qui prend en considération les suspensions solides issues du ciment, des fillers calcaire et du superplastifiant.
- ✓ L'étude de la variation des combinaisons entre paramètres de composition et leurs influences sur les caractéristiques rhéologiques est simplifiée puisqu'elle se résume dans les variations de la concentration volumique en solide.
- ✓ La réponse étalement était très sensible aux variations du taux de substitution des fillers (F), l'étalement diminuait avec l'augmentation de (F) qui agit directement sur la fluidité du mélange. Il a été constaté que le dosage de 15 % en filler permettait de diminuer le diamètre d'étalement (donc le seuil de cisaillement).
- ✓ Le dosage en superplastifiant agit en diminuant le temps d'écoulement, sauf pour les valeurs voisines de 1.5 % qui a permis d'augmenter le temps d'écoulement (donc la viscosité). Pour des valeurs de  $S_p$  constantes, la variation du dosage en fillers permet, pour certaines valeurs prise autour de 15 %, d'améliorer la fluidité des mélanges de pâtes. Au-delà de 20%, les mélanges obtenus étaient plus au moins fermes et ne permettaient pas les mesures rhéologiques

## 8. CONCLUSION

Des essais préliminaires ont été effectués en partant d'une suspension fluide pour aboutir à des pâtes de ciment. Au début, on a voulu prendre en considération toutes les combinaisons possibles entre paramètres de composition (Ciment (C), Filler (F), Superplastifiant (Sp) et Eau (E)), ce fut un travail fastidieux et chargé en nombres d'expériences à mener.

Une méthodologie expérimentale s'est avérée nécessaire et qui consistait à faire varier un seul composant tout en gardant les trois autres constants. Les domaines de variations de chaque paramètre ont été fixés au préalable en s'aidant des études antécédentes sur la formulation des pâtes. Sur les 296 mélanges possibles, les essais préliminaires ont permis de retenir seulement 35 mélanges de pâtes de caractéristiques acceptables. Les conclusions suivantes ont été retenues :

- Lorsque le dosage en superplastifiant est adéquat (au voisinage de 1.5 %), il agit par défloculation des particules solides en améliorant la fluidité, l'augmentation en ce dosage a engendré l'augmentation des diamètres d'étalement.
- Les fillers en tant que fines particules ont un effet de densification. Pour un dosage fixe en superplastifiant, l'augmentation du taux des fillers agit en améliorant la fluidité mais en augmentant le temps d'écoulement.
- Les mélanges avec un paramètre de dosage nul ont aboutit à des pâtes de caractéristiques rhéologiques insuffisantes ou indésirables (présentant des ségrégations à l'aspect visuel ou ayant des caractéristiques rhéologiques non mesurables).

Finalement, la démarche expérimentale adoptée ne permet pas de constater l'importance de l'influence de chaque paramètre par rapport à l'autre ou de les classer en fonction de leurs influences sur les réponses rhéologiques ; comparée aux méthodes classiques de formulation, cette procédure de réduire considérablement le nombre d'expériences à mener et définir efficacement un domaine expérimental à l'intérieur duquel les mesures sont possibles. Une étude plus approfondie est nécessaire, elle fera l'objet du chapitre IV suivant.