



Université Mohamed khider –Biskra

Faculté d'Architecture, de l'Urbanisme, de Génie Civil et de l'Hydraulique

Département de Génie civil et d'Hydraulique

MÉMOIRE DE MASTER

Sciences et Technologies

Filière : **Génie civil**

Spécialité : **Matériaux de construction**

Réf. :

Présenté et soutenu par :

Haif Khaif Chiraz

Le: mercredi 4 juin 2025

Valorisation des cendres des déchets des palmiers dattiers dans le ciment

Jury :

Encadreur : **ZEGHICHI Leila**

Co –encadreur : **SOUICI Ikram**

Année universitaire : 2024 /2025

DEDICACES

Tout d'abord, je remercie **ALLAH**, Tout-Puissant, de m'avoir éclairé le bon chemin et qui m'a aidé à faire ce modeste travail, que je considère comme le fruit de mes efforts.

Et après, du profond de mon cœur, je dédie ce travail à tous ceux qui ont toujours été là pour moi :

À mon support inébranlable dans ma vie, qui m'a appris, m'a soutenu et m'a guidé vers le succès, celui qui me fait toujours sentir qu'il est fier de moi : au meilleur père du monde, Mohamed.

À celle qui illumine ma vie de son amour inconditionnel, mon refuge sûr, ma source de motivation et de tendresse, la femme la plus forte et courageuse que je connaisse : ma merveilleuse maman Faiza. Je suis tellement chanceuse d'avoir une mère comme toi.

À mon frère bien-aimé Akram, mon confident, celui qui m'a soutenu tout au long de ma vie. Que Dieu le protège et illumine son chemin.

À ma sœur Lina, une présence tendre et discrète, toujours là dans les moments où j'en avais besoin. Ton calme, ton écoute et ta sagesse me touchent profondément.

À ma sœur Rayan, ma copine, celle qui m'a toujours conseillée, encouragée et aimée de tout son grand cœur sans faille. Je suis infiniment reconnaissante de t'avoir à mes côtés.

À ma source de joie, ma petite princesse Chahd, que ta vie soit remplie de bonheur et de réussite. Je serai toujours là pour te soutenir.

À ma chère amie Douaa, qui a une place spéciale dans mon cœur, pour tous les merveilleux souvenirs, l'amour et les moments de bonheur et de tristesse que nous avons partagés ensemble. Notre histoire restera à jamais gravée dans ma mémoire.

À ma précieuse Youssra, l'épouse de mon frère, pour sa douceur, sa compréhension et le respect qu'elle offre à chacun de nous. Ta présence est un véritable cadeau.

À mon adorable neveu Wassim, ce petit ange qui fait fondre les cœurs avec son regard et son innocence. Que Dieu veille sur toi et t'accorde un avenir radieux.

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.

Avant tout, je remercie ALLAH, pour la force, la patience et la sagesse qu'Il m'a accordées tout au long de ce parcours.

Je tiens à exprimer mes remerciements les plus sincères à Madame Zeghichi Leila, mon encadreur, pour sa précieuse orientation, sa disponibilité et ses conseils pertinents tout au long de ce travail. Sa rigueur scientifique et son soutien bienveillant ont été d'un apport inestimable, sans oublier mon co-encadreur Dr Souici Ikram pour son aide et son soutien.

Je souhaite également remercier les membres du jury qui ont accepté d'évaluer mon mémoire, pour le temps qu'ils y consacrent, leurs remarques constructives et leur contribution à l'amélioration de mon travail.

Ma gratitude va aussi à l'ensemble des enseignants qui m'ont accompagnée durant ces cinq années universitaires. Merci pour votre engagement, vos efforts constants et la richesse du savoir que vous avez su transmettre avec passion.

Un remerciement du cœur à ma famille, pour leur amour inconditionnel, leur patience et leur soutien constant, qui m'ont toujours portée vers le meilleur.

Je n'oublie pas mes amis et collègues, pour leur amitié sincère, leur entraide et tous les moments partagés qui ont marqué ce parcours.

À toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont cru en moi et m'ont encouragée : merci infiniment.

RÉSUMÉ

La valorisation des déchets dans le domaine du génie civil représente un secteur important, Le recyclage des déchets présente un double impact : environnemental et économique. Divers types de déchets sont utilisés pour la fabrication des matériaux de construction, en particulier dans le ciment ou le béton, sous forme de poudre, de fibres ou de granulats.

Ce travail étudie la possibilité d'utiliser la cendre du palmier dattier (palmes) comme ajout cimentaire pour fabriquer un ciment composé (CPJ) , et d'analyser son effet sur les performances du mortier .

Un plan d'expérience (Box-Behnken) a été adopté en considérant trois facteurs qui influencent les propriétés du ciment : le pourcentage d'ajout de cendre, le rapport eau/ciment (E/C), et la température de cure.

À partir des résultats expérimentaux sur la pâte de ciment, les conditions optimales permettant d'atteindre une résistance à la compression de **48,14 MPA** ont été déterminées :

5 % de cendre, **E/C = 0,4**, et une température de cure de **20°C**.

Mots-clés : déchets, cendre de feuilles de palmier, plan d'expérience.

ABSTRACT

The recovery of waste materials in the field of civil engineering represents a major area of interest. Recycling waste has a dual impact: environmental and economic. Various types of waste are used in the production of construction materials, particularly in cement or concrete, in the form of powder, fibers, or aggregates.

This study investigates the potential use of date palm leaf ash as a cementitious additive for the production of composite cement (CPJ), and analyzes its effect on mortar performance.

A Box-Behnken experimental design was adopted, considering three influencing factors on cement properties: the percentage of ash addition, the water-to-cement (W/C) ratio, and the curing temperature.

Based on experimental results on the cement paste, the optimal conditions to achieve a compressive strength of 48.14 MPa were determined as follows: 5% ash content, $W/C = 0.4$, and a curing temperature of 20°C.

Keywords: Waste, date palm leaf ash, experimental design.

ملخص

تُعدّ عملية تثمين النفايات في مجال الهندسة المدنية من المجالات المهمة، حيث إن إعادة تدوير النفايات تُحدث أثرًا مزدوجًا بيئيًا واقتصاديًا. تُستخدم أنواع مختلفة من النفايات في صناعة مواد البناء، خاصةً في الإسمنت أو الخرسانة، على شكل مسحوق أو ألياف أو حبيبات

تهدف هذه الدراسة إلى دراسة إمكانية استخدام رماد أوراق شجرة النخيل كمادة مضافة إسمنتية لصناعة إسمنت مركب وتحليل تأثيرها على خصائص الملاط

تم اعتماد تصميم تجريبي من نوع بوكس-بينكن مع الأخذ بعين الاعتبار ثلاثة عوامل تؤثر على خصائص الإسمنت، وهي: نسبة إضافة الرماد، نسبة الماء إلى الإسمنت ودرجة الحرارة.

اعتمادًا على النتائج التجريبية على عجينة الإسمنت، تم تحديد الشروط المثالية للحصول على مقاومة ضغط قدرها 48.14 ميغا باسكال تتمثل في 5% من رماد أوراق النخيل، نسبة الماء على الإسمنت 0.4، ودرجة حرارة 20 درجة

الكلمات المفتاحية: نفايات، رماد أوراق النخيل، مخطط تجريبي.

LISTE DES FIGURES

FIGURE I.1: LE CIMENT PORTLAND.....	21
FIGURE I.2: STRUCTURE POLIE ET ATTAQUEE D'UN CLINKER PORTLAND MONTRANT LES PHASES PRINCIPALES (ALITE, BELITE, FERRITE, ALUMINATES).....	22
FIGURE I.3: PHOTO PRISE AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE DE CRISTAUX DE PORTLANDITE AINSI QUE DES C-S-H (THIERY ET AL, 2007) ..	26
FIGURE I.4: IMAGE MEB – GAUCHE :(A) ETTRINGITE AFT – DROITE :(B)MONOSULFOALUMINATE DE CALCIUM AFM.(BRESSION, 2006)	27
FIGURE I.5: DEVELOPPEMENT DE LA RESISTANCE A LA COMPRESSION DANS LES MELANGES DE MORTIER	33
FIGURE II.1: PLAN DE BOX-BEHNKEN POUR TROIS FACTEURS.....	44
FIGURE III.1: CIMENT UTILISE SPA-CEM I 42.5R.....	50
FIGURE III.2: L'EAU DU ROBINET DU LABORATOIRE	52
FIGURE III.3: SABLE D'OUED	52
FIGURE III.4: ESSAI DE LA MASSE VOLUMIQUE APPARENTE DU SABLE D'OUED	53
FIGURE III.5: MASSE VOLUMIQUE ABSOLUE DE SABLE D'OUED	53
FIGURE III.6: EQUIVALENT DE SABLE	54
FIGURE III.7: DETERMINATION ABSORPTION D'EAU	56
FIGURE III.8: LES FORMES DES GRAINS	57
FIGURE III.9: TAMIS SUR LA TAMISEUSE ELECTRIQUE.....	57
FIGURE III.10: SECHAGE DES FEUILLES DE PALMIER DATTIER A L' AIR LIBRE	58
FIGURE III.11: COMBUSTION DES FEUILLES DE PALMIER DATTIER.	58
FIGURE III.12: TAMISAGE DES CENDRES A TRAVERS UN TAMIS DE 0,08 MM ...	59
FIGURE III.13: PESAGE DES COMPOSANTS DE LA PATE DE CIMENT.....	63
FIGURE III.14: MALAXEUR D'UNE CAPACITE MAXIMALE DE 5 L	63
FIGURE III.15: MALAXAGE DES COMPOSANTS DE LA PATE DE CIMENT	64
FIGURE III.16: MOULE METALLIQUE	64
FIGURE III.17: LES EPROUVETTES APRES DEMOULAGE.....	65
FIGURE III.18: PESAGE DES COMPOSANTS DU MORTIER	65
FIGURE III.19: MALAXEUR D'UNE CAPACITE MAXIMALE DE 5 L	66
FIGURE III.20: MALAXAGE DES COMPOSANTS DU MORTIER	66
FIGURE III.21: LA TABLE A CHOC	67
FIGURE III.22: CONSERVATION DES MOULES.	67
FIGURE III.23: LES EPROUVETTES APRES DEMOULAGE.....	67
FIGURE III.24: L'ESSAI D'ETALEMENT	68
FIGURE III.25: LES MOULES METALLIQUES VIDE	68
FIGURE III.26: LES MOULES METALLIQUES REMPLI	68
FIGURE III.27: APPAREIL DE FLEXION	69
FIGURE III.28: PRESSE DE COMPRESSION	70
FIGURE III.29: ABSORPTION PAR IMMERSION.....	70
FIGURE IV.1: DIFFERENTES RELATIONS ENTRE LES VALEURS PREVUES ET REELLES	77

LISTE DES FIGURES

FIGURE IV.2: DIFFERENTS DIAGRAMMES DE PROBABILITE NORMALE DES RESIDUS	78
FIGURE IV.3: DIFFERENTS TRACES DES RESIDUS PAR RAPPORT A LA REPONSE PREVUE	78
FIGURE IV.4: COURBES DE NIVEAU 2D POUR LA RESISTANCE A LA COMPRESSION ET LA MASSE VOLUMIQUE EN FONCTION DE C, E/C ET T ..	79
FIGURE IV.5: GRAPHIQUES DE REPONSE 3D MODELES BOX BENKHEN, POUR LA RESISTANCE A LA COMPRESSION ET LA MASSE VOLUMIQUE EN FONCTION DE C, E/C ET T	80
FIGURE IV.6: RAMPES DE DESIRABILITE POUR LES VALEURS OPTIMALES DE RC ET M DE LA PATE DU CIMENT.	81
FIGURE IV.7: VARIATION D'ETALEMENT EN (CM) EN FONCTION DU POURCENTAGE D'AJOUT	82
FIGURE IV.8: LA RESISTANCE A LA TRACTION PAR FLEXION EN FONCTION DU POURCENTAGE D'AJOUT.	83
FIGURE IV.9: LA RESISTANCE A LA COMPRESSION EN FONCTION DU POURCENTAGE D'AJOUT	84
FIGURE IV.10: ABSORPTION PAR IMMERSION EN FONCTION DU POURCENTAGE D'AJOUT	85

LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU I.1: PHASES PRINCIPALES DU CLINKER – ROLES, REACTIONS	23
TABLEAU III.1: LA COMPOSITION CHIMIQUE DU CIMENT	50
TABLEAU III.2: LA COMPOSITION MINERALOGIQUE (FORMULE DE BOGUE)....	50
TABLEAU III.3: CARACTERISTIQUES DU CIMENT [FICHE TECHNIQUE].	51
TABLEAU III.4: PROPRIETES DU CIMENT DU FICHE TECHNIQUES.....	51
TABLEAU III.5: MASSES VOLUMIQUES APPARENTES DES SABLES D’OUED	53
TABLEAU III.6: MASSES VOLUMIQUE ABSOLUE DE SABLE D’OUED	53
TABLEAU III.7: QUALITE DU SABLE EN FONCTION DES VALEURS D’EQUIVALENT DE SABLE ESV ET ESP.	54
TABLEAU III.8: RESULTATS D’EQUIVALENT	55
TABLEAU III.9: ABSORPTION D’EAU DE SABLE	56
TABLEAU III.10: ANALYSE GRANULOMETRIQUE D’UN SABLE D’OUED.....	57
TABLEAU III.11: matrice d'expérimentation	59
TABLEAU III.12: LES COMPOSANTS DE PATE DE CIMENT TEMOIN	62
TABLEAU III.13: LES COMPOSANTS DE MORTIER	62
TABLEAU IV.1: DOMAINE DE VARIATION DES PARAMETRES POUR LE PLAN DE BOX-BEHNKEN.....	63
TABLEAU IV.2: : MATRICE D’EXPERIMENTATION EN VARIABLE REELLES ET EN VARIABLE CODEES.....	63
TABLEAU IV.3: Conception expérimentale et résultats.	65
TABLEAU IV.4: ANALYSE DE LA VARIANCE DU MODELE QUADRATIQUE.	75
TABLEAU IV.5: LES VALEURS DES COEFFICIENTS DU MODELE MATHEMATIQUE DE LA RESISTANCE A LA COMPRESSION.....	76
TABLEAU IV.6: ANALYSE DE LA VARIANCE DU MODELE QUADRATIQUE	76
TABLEAU IV.7: LES VALEURS DES COEFFICIENTS DU MODELE MATHEMATIQUE DU LA MASSE VOLUMIQUE	77
TABLEAU IV.8: Les 5 Solutions trouvés	80

LISTE DES ABREVIATIONS

- **DPA** : Cendre de palmier dattier.
- **OPC** : Ciment Portland ordinaire.
- **DOE** : Conception des expériences.
- **MT** : Mortier témoin.
- **RSM** : Méthode des surfaces de réponse.
- **CCD** : Plan composite centré.

Table des matières

DEDICACES	B
REMERCIEMENTS	C
RÉSUMÉ.....	D
LISTE DES FIGURES.....	7
LISTE DES TABLEAUX.....	9
LISTE DES ABREVIATIONS.....	10
TABLE DES MATIERES	11
Introduction générale	16
Première Partie. Synthèse bibliographique	19
Chapitre I. Le ciment portland et les cendres de palmier dattier.....	20
I.1.Introduction.....	21
I.2. Composition chimique du ciment Portland	21
I.2.1. Rôles et réactions des phases principales	22
I.2.2. Autres composants du clinker.....	23
I. 3.Processus d'hydratation du ciment	23
I. 3.1. Étapes du processus d'hydratation	23
I.3.2 Produits d'hydratation et leurs rôles.....	24
I.3.3. Facteurs influençant l'hydratation.....	25
I .3.3.1. Rapport eau/ciment (E/C)	25
I.3.3.2. Température.....	25
I.3.3.3. Présence d'adjuvants	25
I.4. microstructure du ciment	28
I.4.1. composants de la microstructure du ciment hydraté	28
I.4.1.1. silicate de calcium hydraté	28
I.4.1.2. Hydroxyde de calcium (CH, ou Portlandite)	28
I.4.1.3. Ettringite et Monosulfates	28
I.4.1.4. Pores capillaires et microfissures	28
I.4.2. Influence de la microstructure sur les propriétés du ciment.....	28

I.5. La théorie de la pouzzolanité	28
I.5.1 Définition de la pouzzolanité	28
I.5.2 Mécanismes de la réaction pouzzolanique	28
I.5.3. Conditions nécessaires pour une réactivité pouzzolanique optimale	29
I.6 Matériaux pouzzolaniques	29
I.6.1 cendres volantes	30
I.6.2 fumée de silice	30
I.6.3 méta-kaolin	30
I.6.4 pouzzolanes naturelles (volcaniques ou traitées)	29
I.7. Caractérisation théorique des cendres de palmier dattier	30
I.7.1. Composition chimique et minéralogique	31
I.7.1.1 Composition chimique	31
I.7.1.2. Autres oxydes présents	31
I.7.1. 3. Phases amorphes et cristallines	31
I.7.1. 4. Phases cristallines identifiées	31
I.7.2. Propriétés physiques et morphologiques	31
I.7.2.1. Finesse et surface spécifique	32
I.7.2.2. Densité apparente et réelle	32
I.7.2.3. Morphologie des particules	32
I.7.2.4. Couleur et texture	32
I.7.3. Potentiel pouzzolanique	32
I.7.4. Interactions cendres de palmier dattier-ciment	32
I.7.5. Impact des cendres sur la microstructure	34
I.7.5.1. Réduction de la porosité et amélioration de la densité	34
I.7.5. 2. Effet sur la résistance mécanique et la durabilité	34
I.8. Synergie avec d'autres ajouts cimentaires	35
I.8.1. Combinaison avec le laitier de haut fourneau	35
I.8.2. Interaction avec la fumée de silice	35

I.9.Comportement à long terme	36
I.9.1. Vieillessement et stabilité microstructurale	36
I.9.2. Évolution des propriétés mécaniques	36
I.9.3. Retrait et stabilité dimensionnelle	36
I.10. Impact environnemental.....	36
I.10.1. Substitution partielle du clinker.....	37
I.10.2. Valorisation d'un déchet agricole local	37
I.10.3. Réduction de la demande en énergie grise	37
I.11. Applications théoriques et perspectives	37
I.11.1.ptimisation des formulations de ciment	37
I.11.1.1 Détermination du pourcentage optimal d'ajout	38
I.11.2. Influence de la finesse et de la calcination	38
I.12. Applications dans la construction durable	38
I.12.1. Intégration dans les bétons à haute performance (BHP)	38
I.12.2. Utilisation dans les mortiers écologiques et enduits.....	39
I.12.3. Adaptabilité aux éco-constructions rurales et locales.....	39
I.13. conclusion.....	39
ChapitreII.plans d'expériences.....	40
II.1 introduction	42
II.2 les plans d'expériences.....	42
II.2.1 Définition.....	41
II.2.2 facteur	41
II.2.3 réponse.....	41
II.2.4 Construction du plan d'expériences	42
II.3. Terminologie	42
II.3.1 Domaine d'étude	42
II.3.2 Méthodologie expérimentale.....	42
II.4. L'intérêt des plans d'expériences	43

II.5. Notation des plans factoriels fractionnaires	43
II.6. Plan de surface de réponse	43
II.6.1 Plans composites centrés	43
II.6.2 Plans de Box-Behnken	44
II.6.2.1. propriétés des plans de box-behnken	45
II.7. utilisation des plans d'expériences en génie civil	45
II.8.conclusion.....	46
PARTIE 2 ETUDE EXPERIMENTALE	47
Chapitre III Matériaux utilisé et procédures expérimentales	48
III.1 Introduction:	49
III.2. Objectif du travail:.....	49
III.3.Méthodologie du travail pratique:	49
III.4. Matériaux utilisés et leur caractérisation	49
III.4.1 le ciment.....	49
III.4.1.1 les caractéristique chimiques et minéralogiques des ciments utilisés	Error!
Bookmark not defined.	50
III.4.1.2 propriétés physiques.....	51
III.4.1.3 caractéristiques mécaniques du ciment	51
III.4.2.Eau	51
III.4.3 sable	52
III.4.3.1 les caractéristiques physiques du sable	52
III.4.3.2 les caractéristiques géométrique	54
III.4.4.les cendre des déchets de palmier dattier	56
III.4.4.1 Méthode de préparation des cendres du palmier dattier	57
III.5. Procédure expérimentale	59
III.6. Préparation des Pate:	60
III.6.1 calcul des composants de plan de box-behnken	61
III.6.2 Malaxage des composants du mortier EN 196-1	62

III.6.3 Calcul des composants de mortier	62
III.6.4 Préparation du mélange cimentaire avec cendres de palmier dattier	63
III.6.5 Confection des éprouvettes de la pâte de ciment	64
III.6.6. Malaxage des composants du mortier EN 196-1	65
III.6.7 Confection des éprouvettes de mortier.	66
III.7.Essais sur le mortier.....	67
III.7.1 Essais sur Le mortier à l'état frais	67
III.7.2. Essais sur Le mortier à l'état durci	68
III.7.2.1. Essais de caractérisation mécanique	68
III.7.2.1.1. Mesure des résistances mécaniques	68
III.8 Conclusion:.....	70
CHAPITER IV RESULTATS ET DISCUSSIONS.....	71
IV.1 .introduction.....	71
IV.2. Programmes expérimentaux	71
IV .2.1. Domaine de variation des paramètres pour le plan de Box-Behnken	71
IV .2.2. ANALYSE statistique des résultats obtenus par le plan Box Benkhen	71
IV .3. ANOVA et analyse des interactions.....	71
IV .3. ANOVA et analyse des interactions.....	71
VI.4 Formulation du mortier:.....	81
VI.4.1 Etalement:	82
VI.4.2 La résistance à la flexion par traction :.....	83
VI.4.3 La résistance à la compression :	83
VI.4.5 Absorption d'eau par immersion :	84
VI.5 CONCLUSION.....	84
Concluions générale	86
Liste des références	90

Introduction générale

Introduction générale

Le ciment est l'un des matériaux de construction les plus utilisés au monde, jouant un rôle central dans le développement des infrastructures modernes. En tant que composant essentiel du béton, il est indispensable pour la construction de bâtiments, de routes, de ponts et de nombreux autres ouvrages. Cependant, la production de ciment, en particulier le ciment Portland, est une source majeure d'émissions de dioxyde de carbone (CO₂), contribuant significativement au réchauffement climatique. En effet, l'industrie cimentière est responsable d'environ 8 % des émissions mondiales de CO₂, principalement en raison de la décarbonatation du calcaire et de la combustion de combustibles fossiles lors de la fabrication du clinker. Face à ces défis environnementaux, la recherche de solutions durables pour réduire l'empreinte carbone du ciment est devenue une priorité.

Parallèlement, la gestion des déchets agricoles représente un enjeu environnemental et économique majeur, notamment dans les régions où la culture du palmier dattier est répandue. Les déchets de palmier dattier, souvent brûlés ou abandonnés, génèrent des quantités importantes de cendres. Ces cendres, riches en silice et autres oxydes, possèdent un potentiel pouzzolanique, c'est-à-dire la capacité de réagir avec la chaux en présence d'eau pour former des composés cimentaires. Ainsi, leur valorisation dans le ciment pourrait offrir une double opportunité : réduire l'impact environnemental de la production de ciment tout en proposant une solution durable pour la gestion des déchets agricoles.

1. Objectif visé

L'objectif de cette étude est de valoriser les cendres de palmier dattier dans le ciment. En se basant sur les fondements de la chimie des matériaux et des mécanismes d'hydratation, nous chercherons à comprendre comment ces cendres peuvent modifier la microstructure, les propriétés mécaniques du ciment. Cette étude permettra aussi d'évaluer le potentiel de ces cendres en tant qu'ajout cimentaire en tenant en compte l'effet du rapport E/C et l'effet de la température.

Un plan de surface (Box Benkhen) a été utilisé pour optimiser les conditions favorables (teneur en cendres, rapport E/C et température) qui peuvent produire un ciment performant avec des résistances en compression comparables à celle du ciment témoin sans ajout. Une fois l'optimisation est faite, la seconde partie du travail traite l'élaboration du mortier performant en déterminant ses propriétés physiques et mécaniques.

2. Méthodologie de travail :

Afin de répondre aux objectifs visés, le présent mémoire est structuré en quatre chapitres divisés en deux parties :

La **première partie** est consacrée à une synthèse bibliographique, elle contient deux

Chapitre :

Chapitre I: consacré à une synthèse bibliographique sur Le ciment et les cendres de palmier dattier.

Chapitre II : une recherche bibliographique sur les plans d'expériences et leur importance dans notre domaine d'étude.

La **deuxième partie** : est consacré au programme expérimental élaboré le long de cette étude, elle contient deux chapitres :

Chapitre III : met en évidence les principales caractéristiques des matériaux utilisés, ainsi qu'une explication de la procédure expérimentale approuvée, y compris une description des différentes expériences effectuées au cours de ce travail.

Chapitre IV: traite l'analyse et l'interprétation des différents résultats obtenus.

L'étude est clôturée par une conclusion générale.

Première Partie. Synthèse bibliographique

Chapitre I. Le ciment portland et les cendres de palmier dattier

I.1 Introduction :

Le ciment est le principal liant hydraulique utilisé dans les matériaux de construction. Le ciment Portland, composé majoritairement de silicates et d'aluminates de calcium, réagit avec l'eau pour former des hydrates responsables de la résistance mécanique et de la cohésion du béton. L'hydratation du ciment donne naissance à divers produits, dont le gel C-S-H (silicate de calcium hydraté), principal contributeur aux propriétés mécaniques, et la portlandite (CH), qui joue un rôle secondaire mais important dans l'équilibre chimique du système. (Taylor (1997)) Cependant, malgré ses qualités, la production du ciment Portland est énergivore et fortement émettrice de CO₂, ce qui soulève des préoccupations environnementales croissantes. Dans ce cadre, l'intégration de matériaux pouzzolaniques ou issus de déchets agricoles apparaît comme une alternative prometteuse pour améliorer la durabilité des matériaux cimentaires tout en réduisant leur impact environnemental.

La présente étude s'inscrit dans cette logique. Elle vise à évaluer l'influence de trois paramètres clés : la température de cure, le rapport eau/ciment (E/C), et le pourcentage d'ajout de cendres de palmier dattier sur les propriétés physico-mécaniques du mortier. Ce chapitre présente ainsi un aperçu des bases théoriques relatives à la chimie du ciment, aux ajouts pouzzolaniques, ainsi qu'à leur effet sur la microstructure et la durabilité du matériau.



Figure I.1: le ciment portland

I.2. Composition chimique du ciment Portland

Le ciment Portland est principalement composé de **quatre phases chimiques clés**, qui influencent ses propriétés d'hydratation et sa résistance mécanique (Taylor, 1997).

1. Silicate tricalcique (C3S - Alite, 50-70%)

- Responsable de la résistance précoce du ciment.
- Produit une grande quantité de chaleur lors de son hydratation.

- Joue un rôle majeur dans le durcissement rapide du béton (Mehta & Monteiro, 2014)
2. **Silicate bicalcique (C2S - Bélite, 15-30%)**
- Réagit plus lentement que le C₃S.
 - Contribue davantage à la résistance à long terme du ciment.
 - Produit moins de chaleur d'hydratation, ce qui réduit le risque de fissuration thermique (Scrivener et al., 2018).
3. **Aluminate tricalcique (C3A, 5-10%)**
- Réagit rapidement avec l'eau et le sulfate de calcium (gypse) pour former de l'ettringite.
 - Influence le temps de prise du ciment et la résistance aux attaques sulfatiques.
 - Un excès de C3A peut provoquer une prise instantanée du ciment (Taylor, 1997).
4. **Ferro-aluminate tétracalcique (C4AF, 5-15%)**
- Contribue peu à la résistance mécanique.
 - Joue un rôle dans la couleur du ciment et réagit avec le gypse pour former des phases stabilisantes.
 - Influence légèrement l'hydratation en libérant de petites quantités de chaleur (Scrivener et al., 2018).

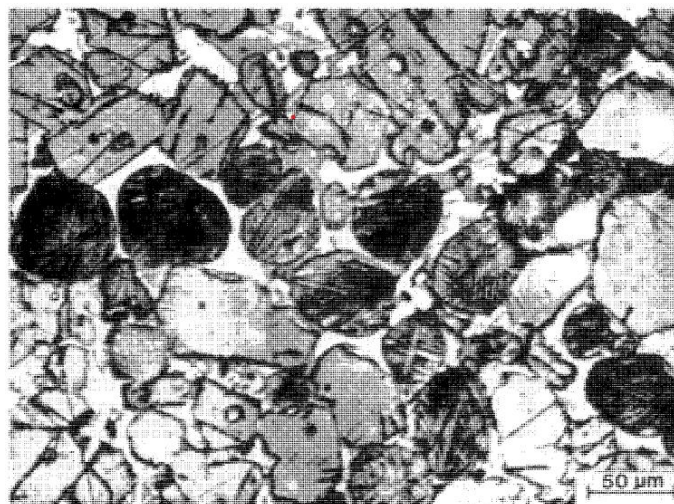


Figure I.2: Structure polie et attaquée d'un clinker Portland montrant les phases principales (alite, belite, ferrite, aluminates). (Taylor, 1997)

I.2.1. Rôles et réactions des phases principales

Tableau I.1 : Phases principales du clinker – Rôles, Réactions

Phase	Formule chimique	Rôle principal	Produits d'hydratation	Vitesse de réaction	Référence
C3S (Alite)	$3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	Développement rapide de la résistance mécanique	C-S-H + CH (portlandite)	Rapide	(Mehta & Monteiro, 2014)
C2S (Bélite)	$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	Résistance à long terme, faible chaleur d'hydratation	C-S-H + CH (en moindre quantité)	Lente	(Scrivener et al., 2018)
C ₃ A	$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	Contrôle du temps de prise, réagit avec le gypse	Ettringite (en présence de gypse)	Très rapide	(Taylor, 1997)
C4AF	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	Influence la couleur du ciment, faible impact mécanique	Ferrite d'ettringite (avec gypse)	Moyenne à lente	(Scrivener et al., 2018)

I.2.2. Autres composants du clinker

En plus des quatre phases principales, le clinker contient des **éléments secondaires** influençant ses propriétés :

- **Gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)** → Régule la prise en retardant la réaction du C₃A.
- **Oxyde de magnésium (MgO)** → Peut causer des expansions indésirables en excès.
- **Oxyde de potassium et de sodium (K_2O , Na_2O)** → Peuvent déclencher la **réaction alcali-silice (ASR)** avec certains granulats.

(Taylor, 1997)

.

I. 3.Processus d'hydratation du ciment

L'hydratation du ciment est un processus chimique essentiel qui se produit lorsque le ciment entre en contact avec l'eau. Les constituants anhydres du clinker réagissent avec l'eau pour former des produits d'hydratation responsables de la prise, du durcissement, de la résistance et de la durabilité du béton. (Neville, 2011)

I. 3.1. Étapes du processus d'hydratation

L'hydratation du ciment se déroule en plusieurs phases successives, chacune ayant un rôle spécifique dans la transformation de la pâte de ciment en matériau solide et résistant. (Neville, 2011)

◆ Période initiale (mouillage ou induction)

Immédiatement après l'ajout de l'eau, une fine couche de produits d'hydratation se forme autour des grains de ciment, en particulier autour du C3A.

Cependant, une période de repos chimique suit, où les réactions ralentissent temporairement. Cette phase permet au béton d'être manié, transporté et mis en place sans durcissement immédiat. (Taylor, 1997)

◆ Phase de prise (réaction accélérée)

Après quelques heures, les réactions chimiques s'accélèrent, notamment celles du silicate tricalcique (C3S).

Il se forme du gel C-S-H (silicate de calcium hydraté), responsable de la résistance initiale du béton, ainsi que de l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$).

C'est à ce moment que le béton commence à durcir visiblement. (Neville, 2011)

◆ Phase de durcissement

Cette étape s'étale sur plusieurs jours, voire plusieurs semaines. Le C_2S (silicate dicalcique) réagit plus lentement que le C_3S , mais contribue significativement à la résistance à long terme. Le béton devient plus dense, durable et gagne progressivement en résistance mécanique. (Mindess, S., Young, J. F., & Darwin, 2003)

◆ Formation des produits secondaires (étringite, monosulfate)

Le C3A réagit avec les sulfates (issus du gypse ajouté au ciment) pour former de l'étringite, un produit cristallin qui contrôle la prise du ciment.

Avec le temps, en cas de réduction du sulfate, l'étringite peut se transformer en monosulfate, un autre produit stable. (Taylor, 1997)

I.3.2 Produits d'hydratation et leurs rôles

- ◆ C-S-H (Silicate de calcium hydraté)
 - Produit principal de l'hydratation des silicates (C_3S et C_2S).
 - Responsable de la résistance mécanique et de la cohésion du béton.
 - Forme un gel amorphe qui lie les particules entre elles. (Neville, 2011)
- ◆ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Hydroxyde de calcium / Portlandite)
 - Formé surtout par l'hydratation du C_3S .
 - Maintient un milieu fortement alcalin (pH élevé).

- Protège les armatures contre la corrosion.
- Fragile mécaniquement et sensible aux attaques chimiques. (Taylor, 1997)
- **◆Étringite (AFt)**
 - Résulte de la réaction entre le C3A et les sulfates (gypse).
 - Contrôle le temps de prise du ciment.
 - Si formation tardive → risques de fissuration. (Mindess, S., Young, J. F., & Darwin, 2003)
- **◆Monosulfate (AFm)**
 - Formé après la consommation des sulfates (transformation de l'étringite).
 - Produit plus stable, présent dans le béton durci.
 - Participe à la stabilité chimique. (Taylor, 1997)
- **◆Produits secondaires (gels alumino-ferriques, phases amorphes)**
 - Influencent la durabilité, la résistance chimique, et la couleur du béton.
 - Rôle mineur sur la résistance mécanique, mais important pour la longévité.(Neville, 2011)

I.3.3. Facteurs influençant l'hydratation

I.3.3.1. Rapport eau/ciment (E/C)

- Plus le rapport E/C est faible, plus la porosité du béton est réduite et meilleure est la résistance.

I.3.3.2. Température

- Une température plus élevée accélère les réactions d'hydratation mais peut provoquer une structure poreuse et fragile.

I.3.3.3. Présence d'adjuvants

- **Super plastifiants** → Améliorent la fluidité et retardent la prise.
- **Accélérateurs** → Augmentent la vitesse de prise et de durcissement.
- **Retardateurs** → Ralentissent l'hydratation pour éviter une prise trop rapide. (Hewlett & Liska, 2019)

I.4. Microstructure du ciment :

La microstructure du ciment hydraté est un élément clé influençant ses propriétés mécaniques et sa durabilité. Elle se compose principalement des produits d'hydratation, des pores capillaires et des particules de clinker non hydratées.

I.4.1. Composants de la microstructure du ciment hydraté

I.4.1.1 silicate de calcium hydraté

Le silicate de calcium hydraté (C-S-H) est la principale phase responsable des propriétés mécaniques et de la durabilité du béton. Il se forme lors de l'hydratation des silicates de calcium présents dans le clinker du ciment, notamment l'alite (C3S) et la bélite (C2S) (Taylor, 1997). Le C-S-H n'a pas une structure cristalline bien définie ; il est amorphe ou nanocristallin. Sa composition chimique varie généralement avec un rapport Ca/Si compris entre **1.2 et 2.0** (Jennings, 2008).

- Il contribue à la **résistance mécanique** du béton en formant un réseau dense et cohésif.
- Il réduit la **perméabilité**, améliorant ainsi la durabilité et la résistance aux agents agressifs.
- Son évolution avec le temps influence la **microstructure** du béton, ce qui a été étudié à l'échelle nanométrique par (Jennings, 2008).

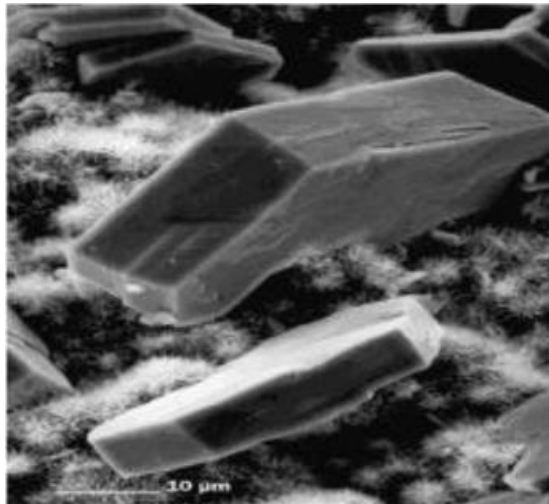


Figure I.3 : photo prise au microscope électronique à balayage de cristaux de Portlandite ainsi que des C-S-H (Thiery et al., 2007)

I.4.1.2. Hydroxyde de calcium (CH, ou Portlandite)

L'hydroxyde de calcium (CH), également appelé Portlandite, est un produit secondaire de l'hydratation des silicates de calcium présents dans le ciment. Il joue un rôle important dans l'alcalinité du béton et dans certaines réactions de durabilité (Taylor, 1997).

La Portlandite se forme en quantité plus importante lorsque le ciment contient une proportion élevée de silicate tricalcique (C3S), comme l'explique (Taylor, 1997).

La Portlandite possède une structure cristalline hexagonale et est relativement bien cristallisée par rapport au C-S-H. Elle est facilement identifiable dans la pâte de ciment hydratée par diffraction des rayons X (DRX) ou microscopie électronique (Scrivener et al., 2018).

L'hydroxyde de calcium est responsable de l'alcalinité élevée du béton ($\text{pH} > 12.5$), ce qui permet de protéger l'acier d'armature contre la corrosion. Cependant, en présence de CO_2 atmosphérique, il réagit pour former du carbonate de calcium, un phénomène appelé carbonatation, qui peut réduire cette protection (Scrivener et al., 2018)

I.4.1.3. Ettringite et Monosulfates

Les phases sulfoaluminates, notamment l'ettringite et le monosulfate, jouent un rôle clé dans les réactions d'hydratation du ciment et influencent la durabilité des matériaux cimentaires. Elles résultent de la réaction entre les aluminates de calcium et les sulfates en présence d'eau (Taylor, 1997)

L'ettringite est une phase cristalline hydratée qui se forme précocement lors de l'hydratation du ciment Portland ou du ciment sulfoaluminate. Elle résulte de la réaction entre l'aluminate tricalcique (C_3A) et le sulfate de calcium (gypse ou anhydrite) en présence d'eau

L'ettringite est responsable de l'expansion contrôlée du béton dans les ciments sulfoaluminates et contribue à la résistance précoce du matériau (Scrivener et al., 2018). Toutefois, si elle se forme tardivement en raison d'un excès de sulfate après la prise initiale, elle peut provoquer une expansion nuisible et des fissurations. (Mehta & Monteiro, 2014)

Le monosulfate est plus stable à long terme que l'ettringite. Cependant, s'il entre en contact avec des sulfates supplémentaires (comme ceux provenant d'eaux sulfatées ou d'additifs), il peut se reconvertir en ettringite, ce qui entraîne un gonflement et des fissurations dans le béton, phénomène connu sous le nom d'attaque sulfatique différée (Scrivener et al., 2018)

I.4.1.4. Pores capillaires et microfissures

Les pores capillaires et microfissures sont des éléments clés influençant la perméabilité, la résistance mécanique et la durabilité du béton. Ils résultent principalement de l'évaporation de l'eau non consommée lors de l'hydratation du ciment et des contraintes internes ou externes subies par le matériau (Mehta & Monteiro, 2014)

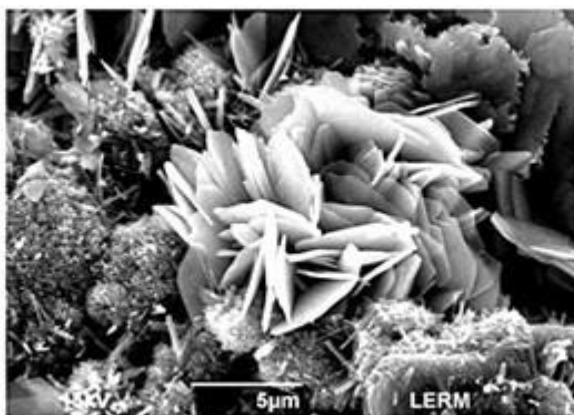


Figure I.4 : image MEB – gauche :(a) EttringiteAFt – droite :(b)monosulfoaluminate de calcium Afm.(Bresson, 2006)

I.4.2. Influence de la microstructure sur les propriétés du ciment

La microstructure du ciment hydraté joue un rôle essentiel dans ses propriétés mécaniques, physiques et chimiques :

1. **Résistance mécanique**: Une microstructure dense avec plus de C-S-H et moins de pores améliore la résistance à la compression et limite la fissuration (Scrivener et al., 2018)
2. **Durabilité et perméabilité** : Une porosité élevée favorise la pénétration de l'eau et des agents agressifs, accélérant la carbonatation et la corrosion des armatures (Mehta & Monteiro, 2014)
3. **Retrait et déformations** : Un excès de pores capillaires augmente le retrait et le risque de fissuration précoce, alors qu'une bonne hydratation réduit ces effets (Taylor, 1997)

I.5.la théorie de la pouzzolanicité

I.5.1 Définition de la pouzzolanicité

La pouzzolanicité est la capacité d'un matériau siliceux ou silico-alumineux (naturel ou artificiel) à réagir chimiquement avec l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), en présence d'eau, pour former des composés cimentaires tels que les silicates de calcium hydratés (C-S-H), responsables de la résistance mécanique des ciments.

◆ Réaction générale :

SiO_2 (ou Al_2O_3) + $\text{Ca}(\text{OH})_2$ + H_2O → C-S-H (et/ou C-A-H) (Taylor, 1997)

I.5.2 Mécanismes de la réaction pouzzolanique

La réaction pouzzolanique se déroule en plusieurs étapes :

. Dissolution

Les composants amorphes (SiO_2 , Al_2O_3) du matériau pouzzolanique se dissolvent sous l'effet du pH élevé de l'eau interstitielle ($\text{pH} > 12.5$) provoqué par la présence de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ libéré par l'hydratation du ciment Portland. (Rashad, 2013)

. Diffusion et migration ionique

Les ions dissous (Si^{4+} , Al^{3+}) diffusent à travers la solution poreuse et réagissent avec les ions Ca^{2+} libérés par la chaux éteinte. (Massazza, 1998)

. Précipitation des produits hydratés

La réaction forme des gels C-S-H (Calcium Silicate Hydrate) et C-A-H (Calcium Aluminate Hydrate), qui comblent les pores et améliorent la densité, la durabilité et la résistance de la matrice cimentaire. (Juenger et al., 2011)

I.5.3. Conditions nécessaires pour une réactivité pouzzolanique optimale

La réactivité d'un matériau pouzzolanique dépend de plusieurs facteurs physiques et chimiques essentiels qui influencent l'intensité et la vitesse de la réaction avec la portlandite (Ca(OH)_2) issue de l'hydratation du ciment Portland.

◆ Teneur en silice amorphe

La présence de silice sous forme amorphe est un critère fondamental. Cette forme, désordonnée à l'échelle atomique, est beaucoup plus réactive que la silice cristalline. Elle se dissout facilement dans l'environnement basique du ciment hydraté, favorisant la formation de gels C-S-H.

Selon Taylor (1997), une teneur en silice amorphe supérieure à 50 % est généralement requise pour qu'un matériau présente une activité pouzzolanique significative.

◆ Finesse des particules

Une surface spécifique élevée, obtenue par un broyage fin, augmente la réactivité du matériau. En effet, une granulométrie fine permet une plus grande surface de contact avec la solution alcaline, ce qui accélère la dissolution et donc la cinétique de la réaction.

D'après (Mehta & Monteiro, 2014), une finesse supérieure à 300 m^2/kg (mesurée selon Blaine) permet d'obtenir une activité pouzzolanique marquée, notamment durant les premières semaines de cure.

◆ Conditions d'hydratation (pH, humidité, température)

La réaction pouzzolanique ne peut s'opérer efficacement que dans un milieu alcalin ($\text{pH} > 12$), en présence d'eau, et sous une température adaptée. Ces conditions favorisent la dissolution de la silice et la précipitation des hydrates de calcium silicaté (C-S-H).

(Odler, 2003) souligne que la température ambiante (20–40 °C) permet une bonne réactivité, mais que des températures plus élevées peuvent être nécessaires pour activer certains matériaux peu réactifs, comme les cendres volantes siliceuses.

I.6 Matériaux pouzzolaniques

Les matériaux pouzzolaniques naturels ou artificiels présentent des propriétés différentes en termes de composition chimique, de finesse, de réactivité et d'effet sur les performances mécaniques et durables du ciment.

I.6.1 Cendres volantes

Résidu pulvérulent issu de la combustion du charbon dans les centrales thermiques. Elles contiennent de la silice amorphe, de l'alumine, ainsi que du fer.

- **Avantages** : améliore la maniabilité du béton frais, réduit la chaleur d'hydratation, augmente la durabilité à long terme.
- **Réactivité** : modérée à lente (réaction visible à partir de 7 jours).
- **Conditions** : nécessite un pH élevé et des températures modérées pour être activée.

((Mehta & Monteiro, 2014) (Taylor, 1997)

I.6.2 Fumée de silice (silica fume)

Sous-produit de la production du silicium métallique, composée de particules ultra-fines ($d < 1 \mu\text{m}$) et riches en silice amorphe ($> 90 \%$).

- **Avantages** : très forte réactivité, densifie la microstructure, améliore la résistance à la compression et à la pénétration des agents agressifs.
- **Réactivité** : très élevée (réagit dès les premières heures).
- **Inconvénient** : demande plus d'eau ou super plastifiants à cause de sa grande surface spécifique. (Odler, 2003)

I.6.3 Méta-kaolin

Argile calcinée riche en kaolinite, traitée thermiquement entre 600 et 800 °C pour développer sa réactivité.

- **Avantages** : améliore les résistances mécaniques, la durabilité, la stabilité chimique.
- **Réactivité** : élevée, surtout en début d'âge.
- **Particularité** : bonne compatibilité avec les ciments à haute performance.

(Sabir et al., 2001)

I.6.4 Pouzzolanes naturelles (volcaniques ou traitées)

Roches riches en silice et alumine (ex. tuf, pumice), souvent utilisées dans les régions à activité volcanique.

- **Avantages** : ressource naturelle, bon effet sur la durabilité.
- **Réactivité** : variable selon origine, souvent plus lente que les autres matériaux.
- **Utilisation** : historique (ex. bétons romains), aujourd'hui intégrée dans les ciments composés. (Massazza, 1998)

I.7. Caractérisation théorique des cendres de palmier dattier

Les cendres de palmier dattier (DPA – Date Palm Ash) représentent un matériau alternatif d'origine agricole pouvant être utilisé comme addition minérale dans les matériaux cimentaires.

Cette valorisation repose sur leur composition chimique favorable à la pouzzolanité et sur des caractéristiques physiques compatibles avec une utilisation dans les bétons. (Hossain & Mol, 2011)

I.7.1. Composition chimique et minéralogique

I.7.1.1 Composition chimique

Les cendres de palmier dattier (DPA) se caractérisent par une richesse en oxydes siliceux et alumineux, qui leur confèrent un potentiel pouzzolanique intéressant. Des analyses par fluorescence X (XRF) ont montré que leur composition chimique est dominée par l'oxyde de silicium (SiO_2), pouvant représenter jusqu'à 60 % de la masse totale, suivi par l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) avec des teneurs allant de 5 à 15 %, et l'oxyde de fer (Fe_2O_3) souvent compris entre 2 et 10 %. Ces trois oxydes, pris ensemble, doivent représenter au moins 70 % pour que le matériau soit classé comme pouzzolanique selon la norme (Astm, 2010).

I.7.1. 2. Autres oxydes présents

Outre les oxydes principaux, la DPA contient également des oxydes secondaires tels que CaO , MgO , K_2O , Na_2O et SO_3 . La teneur en chaux (CaO) peut influencer la réactivité avec la silice et jouer un rôle dans la précipitation des hydrates de type C-S-H. Ces composants varient selon l'origine des résidus et les conditions de combustion (température, durée, oxygénation). (Hossain & Mol, 2011)

I.7.1. 3. Phases amorphes et cristallines

La réactivité pouzzolanique de la cendre est fortement influencée par la présence de silice amorphe, qui réagit plus facilement avec l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) pour former les produits de type C-S-H. La DPA issue d'une combustion à température modérée (entre 500–700 °C) contient une proportion plus importante de silice non cristalline, contrairement à une combustion à haute température qui favorise la cristallisation. (Juenger et al., 2011).

I.7.1. 4. Phases cristallines identifiées

Par diffraction des rayons X (XRD), plusieurs phases cristallines ont été identifiées dans la DPA, telles que le quartz (SiO_2), la calcite (CaCO_3), et parfois des traces de mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) en cas de combustion prolongée. La présence de quartz peut diminuer la réactivité car il s'agit d'une forme stable et peu soluble de la silice.

(Mehta & Monteiro, 2014)

I.7.2. Propriétés physiques et morphologiques

Les propriétés physiques et morphologiques des cendres de palmier dattier jouent un rôle crucial dans leur comportement comme matériau pouzzolanique. Elles influencent non

seulement la réactivité chimique, mais aussi la maniabilité et la densité des mélanges cimentaires auxquels elles sont ajoutées.

I.7.2.1. Finesse et surface spécifique

La finesse des particules de DPA est un paramètre essentiel. Une poudre plus fine présente une surface spécifique plus élevée, ce qui favorise une réaction chimique rapide avec l'hydroxyde de calcium libéré lors de l'hydratation du ciment. La méthode Blaine ou BET permet de mesurer cette surface spécifique, qui peut atteindre plus de 300 m²/kg selon les conditions de broyage. (Hossain & Mol, 2011)

I.7.2.2. Densité apparente et réelle

La densité apparente des DPA varie généralement entre 1.8 et 2.4 g/cm³, en fonction de leur teneur en carbone résiduel, en silice et en phases minérales. Cette densité plus faible que celle du ciment Portland (environ 3.1 g/cm³) permet une réduction du poids des matériaux composites. (Fapohunda et al., 2021)

I.7.2.3. Morphologie des particules

L'analyse morphologique à l'aide de la microscopie électronique à balayage (MEB/SEM) montre que les particules de DPA ont souvent une forme irrégulière et anguleuse, avec une texture poreuse. Ces caractéristiques améliorent l'ancrage mécanique dans la pâte de ciment, mais peuvent aussi influencer la demande en eau du mélange. (Juenger et al., 2011).

I.7.2.4. Couleur et texture

La couleur des cendres varie du gris clair au noir, en fonction de la quantité de carbone résiduel. Une combustion incomplète peut laisser des résidus organiques qui réduisent les performances mécaniques et la durabilité du béton. Une texture fine et homogène est souhaitable pour garantir une bonne dispersion dans le mélange. (Mehta & Monteiro, 2014)

I.7.3. Potentiel pouzzolanique

Le potentiel pouzzolanique des cendres de palmier dattier (DPA) représente leur capacité à réagir chimiquement avec l'hydroxyde de calcium [Ca(OH)₂] en milieu alcalin pour former des produits cimentaires secondaires, principalement les silicates de calcium hydratés (C-S-H) qui améliorent la résistance et la durabilité des matériaux.

La réactivité pouzzolanique dépend principalement de la présence de silice amorphe, hautement réactive en milieu basique. Lorsqu'elle entre en contact avec la chaux libérée par l'hydratation du ciment Portland, elle forme des gels C-S-H semblables à ceux du ciment, contribuant ainsi à la densification de la matrice. Plus la teneur en silice réactive est élevée, plus la DPA est considérée comme potentiellement pouzzolanique. (Juenger et al., 2011)

La norme ASTM C618 propose plusieurs critères pour évaluer le potentiel pouzzolanique d'un matériau, dont :

- La somme ($\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$) $\geq 70 \%$
- La teneur en perte au feu (LOI) $\leq 6 \%$
- L'activité pouzzolanique mesurée par un test de résistance à 7 ou 28 jours

La DPA respecte souvent ces conditions lorsqu'elle est issue d'un traitement thermique contrôlé. (Astm, 2010)

I.7.4. Interactions cendres de palmier dattier - ciment

L'intégration des cendres de palmier dattier (DPA) dans les systèmes cimentaires ne se limite pas à une simple substitution. Elle entraîne des interactions physico-chimiques complexes, influencées par la nature de la cendre, sa réactivité, sa granulométrie, et les conditions d'hydratation. Une modélisation théorique de ces interactions permet de mieux anticiper leur comportement à long terme.

L'ajout des cendres de palmier dattier (DPA) dans une matrice cimentaire modifie profondément le déroulement de l'hydratation, tant sur le plan cinétique que sur la nature des produits formés. Ces changements influencent la microstructure finale et, par conséquent, les propriétés mécaniques et durables du matériau.

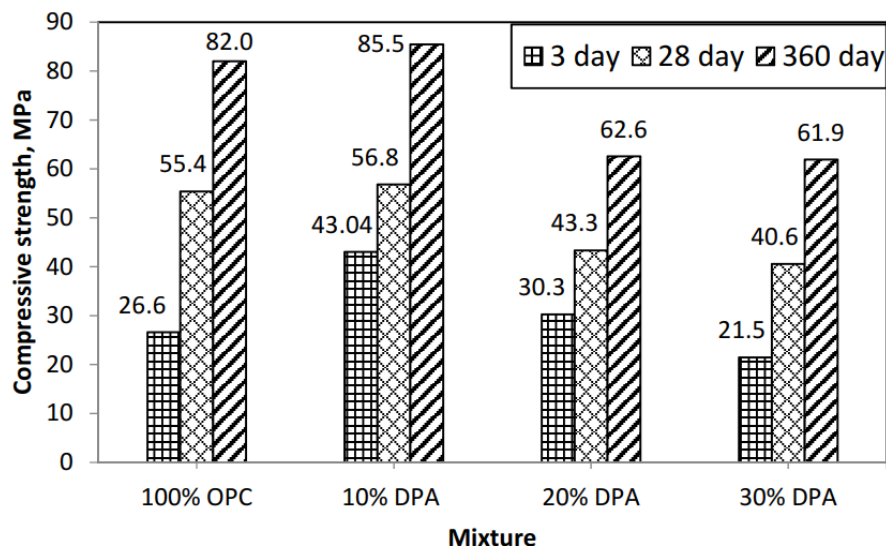


Figure I.5 : développement de la résistance à la compression dans les mélanges de mortier (Al-Kutti et al., 2018)

- Modification de la cinétique d'hydratation

Les DPA, par leur nature pouzzolanique, modifient le profil de chaleur d'hydratation du ciment. L'introduction d'un matériau moins réactif que le clinker ralentit la libération initiale de chaleur, ce qui se traduit par :

- Une réduction du pic de chaleur principal observé dans les 24 premières heures.

- Un décalage temporel de l'intensité des réactions secondaires, liées à l'activité pouzzolanique.

Ce ralentissement est favorable pour les bétons massifs ou exposés à des températures élevées, car il réduit le risque de fissuration thermique.(Lothenbach et al., 2012)

- Influence sur la formation des gels C-S-H

La réaction pouzzolanique secondaire entre les DPA et la portlandite Ca(OH)_2 forme des gels C-S-H supplémentaires, mais avec des caractéristiques légèrement différentes :

- Leur rapport Ca/Si est plus faible que celui des C-S-H primaires, ce qui les rend plus stables chimiquement.
- Ils remplissent les pores capillaires, affinant la microstructure de la pâte de ciment.
- Cette formation continue de gels se prolonge sur une période plus longue (jusqu'à 90 jours ou plus), améliorant progressivement la résistance mécanique et la compacité.

(Li et al., 2011)

I.7.5. Impact des cendres sur la microstructure

L'incorporation des cendres de palmier dattier (DPA) dans les matrices cimentaires entraîne des modifications notables de la microstructure, ce qui a des répercussions directes sur les propriétés mécaniques, la durabilité et la performance à long terme du matériau cimentaire.

I.7.5.1. Réduction de la porosité et amélioration de la densité

L'un des effets les plus importants de l'ajout de DPA est la réduction de la porosité totale de la pâte cimentaire. Cette amélioration s'explique par deux mécanismes principaux :

- Effet de remplissage (filler effect) : les particules fines de DPA combler les vides entre les grains de ciment, réduisant la taille et la connectivité des pores capillaires.
- **Formation continue de C-S-H secondaires** : la réaction pouzzolanique produit des gels qui précipitent dans les pores restants, densifiant progressivement la matrice.

Cette compaction microstructurale diminue la perméabilité et améliore la résistance aux agents agressifs tels que les chlorures ou les sulfates. (Hossain, 2003)

I.7.5. 2. Effet sur la résistance mécanique et la durabilité

Grâce à la réduction de porosité et à l'enrichissement en gels C-S-H, les bétons contenant de la DPA montrent souvent une augmentation progressive de la résistance à la compression, en particulier à long terme (28 à 90 jours).

- À court terme (≤ 7 jours), la résistance peut être légèrement inférieure à celle d'un béton ordinaire, en raison de la cinétique plus lente de la DPA.

- À moyen et long terme, la formation continue de produits d'hydratation améliore la cohésion interne, ce qui se traduit par une meilleure résistance mécanique et une durabilité accrue.

La durabilité est également renforcée par :

- Une réduction de la perméabilité aux agents chimiques,
- Une amélioration de la résistance aux cycles gel/dégel,
- Et une diminution du risque d'attaque sulfatée.

(Siddique, 2007)

I.8. Synergie avec d'autres ajouts cimentaires

L'utilisation des cendres de palmier dattier (DPA) en combinaison avec d'autres additions minérales comme le laitier de haut fourneau ou la fumée de silice permet de créer une synergie qui améliore davantage les propriétés du béton. Cette approche multi-composite vise à exploiter les avantages spécifiques de chaque matériau pour obtenir une matrice cimentaire plus performante, durable et adaptée à des environnements exigeants.

I.8.1. Combinaison avec le laitier de haut fourneau

Le laitier granulé est une pouzzolane latente riche en chaux et alumine. Lorsqu'il est associé à la DPA :

- Il compense la faible teneur en calcium de cette dernière, permettant une réaction pouzzolanique plus équilibrée.
- Il favorise la formation de phases C-A-S-H (calcium-alumino-silicate hydraté), qui ont une structure plus dense que les C-S-H classiques.
- La combinaison DPA/laitier montre un bon comportement dans les milieux agressifs (sulfates, eaux salines).

(Escalante-Garcia & Sharp, 2004)

I.8.2. Interaction avec la fumée de silice

La fumée de silice (silica fume) est extrêmement fine et réactive, ce qui lui confère un double rôle lorsqu'elle est associée à la DPA :

- Elle accélère la consommation de Ca(OH)_2 , même à très court terme, renforçant ainsi le caractère pouzzolanique global du mélange.
- Sa finesse exceptionnelle permet un compactage optimal de la microstructure, réduisant fortement la porosité et augmentant l'imperméabilité.

En présence simultanée de DPA et de fumée de silice, une augmentation significative de la résistance à la compression à long terme est observée, avec une durabilité améliorée, notamment face à la pénétration des ions chlorures.

(Raghav et al., 2021)

I.9. Comportement à long terme

L'étude du comportement à long terme des matériaux cimentaires modifiés par des ajouts pouzzolaniques, tels que les cendres de palmier dattier (DPA), est essentielle pour évaluer leur pérennité, évolution mécanique, et leur stabilité dimensionnelle dans le temps.

I.9.1. Vieillessement et stabilité microstructurale

Avec le temps, la structure interne du béton continue d'évoluer sous l'effet :

- Des réactions pouzzolaniques résiduelles,
- Du comblement progressif des pores capillaires,
- Et d'un réarrangement interne des produits d'hydratation.

L'apport des DPA, riches en silice réactive, permet une réaction lente mais continue avec le Ca(OH)_2 libéré par l'hydratation du ciment. Cela entraîne :

- Une amélioration progressive de la compacité de la matrice,
- Et une réduction de la perméabilité à long terme.

(Papadakis et al., 2002)

I.9.2. Évolution des propriétés mécaniques

Contrairement au béton ordinaire dont la résistance se stabilise relativement tôt, le béton contenant de la DPA présente :

- Une croissance plus lente mais continue de la résistance à la compression, notamment entre 28 et 90 jours,
- Une meilleure résistance à long terme grâce à la formation secondaire de gels C-S-H plus stables.

Cette amélioration est directement liée à la réduction de la porosité active et à la densification progressive de la matrice. (Rajamma et al., 2009)

I.9.3. Retrait et stabilité dimensionnelle

Les DPA influencent aussi le comportement vis-à-vis du retrait :

- En réduisant le retrait plastique (grâce à une meilleure rétention d'eau),
- Et en limitant le retrait autogène à travers la diminution de la chaleur d'hydratation.

Cela se traduit par une réduction du risque de fissuration à long terme, ce qui contribue fortement à la durabilité globale du matériau. (Bentz, 2007)

I.10. Impact environnemental

La production de ciment Portland ordinaire (CPO) est l'une des principales sources d'émissions de dioxyde de carbone (CO₂) dans l'industrie des matériaux de construction. Elle est responsable d'environ 7 à 8 % des émissions mondiales de CO₂, principalement en raison :

- De la décomposition du calcaire ($\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$),
- Et de la consommation énergétique élevée lors du clinker.

Dans ce contexte, l'utilisation des cendres de palmier dattier (DPA) comme ajout cimentaire offre une solution durable pour réduire l'empreinte carbone du béton.

I.10.1. Substitution partielle du clinker

La substitution d'une partie du clinker par de la DPA :

- Permet de réduire directement la quantité de clinker nécessaire,
- Ce qui entraîne une diminution proportionnelle des émissions de CO₂ associées à sa fabrication.

Des études ont montré que chaque 1 tonne de clinker remplacée peut éviter l'émission de environ 0.9 tonne de CO₂. (Habert et al., 2011)

I.10.2. Valorisation d'un déchet agricole local

Les DPA sont issues de la valorisation des résidus de palmiers dattiers, souvent brûlés ou jetés sans traitement, ce qui constitue :

- Une gestion intelligente des déchets agricoles,
- Et une économie circulaire à l'échelle locale.

Cela contribue à réduire l'impact environnemental global tout en renforçant les ressources disponibles localement. (Siddique, 2007)

I.10.3. Réduction de la demande en énergie grise

Contrairement au clinker qui nécessite une cuisson à plus de 1400°C, la transformation des DPA (séchage, calcination modérée, broyage) consomme beaucoup moins d'énergie. Cette basse énergie grise rend le matériau plus écologique. (Duxson et al., 2007)

I.11. Applications théoriques et perspectives

L'intégration des cendres de palmier dattier (DPA) dans les matériaux cimentaires ouvre la voie à de nombreuses applications théoriques et industrielles prometteuses. Grâce à leurs propriétés pouzzolaniques, leur origine renouvelable et leur potentiel écologique, ces cendres constituent une alternative stratégique pour le développement de bétons durables et performants.

I.11.1. Optimisation des formulations de ciment

L'optimisation de l'incorporation des cendres de palmier dattier (DPA) dans les formulations cimentaires repose sur l'équilibre entre :

- Performances mécaniques et durabilité,

- Réactivité pouzzolanique et finesse de broyage,
- Teneur en DPA et compatibilité avec le ciment Portland.

I.11.1.1 Détermination du pourcentage optimal d'ajout

Plusieurs études suggèrent que la substitution partielle du ciment par 10 à 20 % de DPA permet d'atteindre un compromis optimal entre :

- Résistance à la compression à long terme,
- Réduction de la porosité capillaire,
- Maintien d'une bonne ouvrabilité du béton.

Des dosages plus élevés (≥ 25 %) peuvent réduire les résistances initiales, en raison de la moindre teneur en clinker, sauf en cas d'activation complémentaire (broyage fin, activation alcaline...). (Elinwa & Mahmood, 2002)

I.11.2. Influence de la finesse et de la calcination

La performance des DPA dépend fortement de leur granulométrie et de leur température de calcination :

- Une finesse élevée ($< 75 \mu\text{m}$) favorise la réactivité pouzzolanique,
- Une calcination contrôlée (à 500–650°C) maximise la présence de silice amorphe.

Un prétraitement adapté permet donc de réduire les effets négatifs sur la résistance initiale tout en renforçant les propriétés à long terme. (Tangchirapat & Jaturapitakkul, 2010)

I.12. Applications dans la construction durable

L'utilisation des cendres de palmier dattier (DPA) comme ajout cimentaire représente une avancée concrète dans le domaine de la construction durable, car elle permet :

- de réduire l'impact environnemental des matériaux,
- d'améliorer certaines performances techniques des bétons,
- et de valoriser des déchets agricoles locaux.

I.12.1. Intégration dans les bétons à haute performance (BHP)

Les recherches ont montré que les DPA, lorsqu'elles sont finement broyées et utilisées à des pourcentages optimisés (10 à 15 %), peuvent :

- Raffiner la microstructure du béton, en comblant les pores capillaires,
- Augmenter la résistance à la compression à moyen et long termes,
- Réduire la perméabilité à l'eau et aux ions chlorures, ce qui renforce la durabilité.

Cela les rend adaptées à la production de bétons à haute performance (BHP), surtout pour les structures exposées à des environnements agressifs (zones marines, industrielles...).

(Alani et al., 2024)

I.12.2. Utilisation dans les mortiers écologiques et enduits

Les DPA peuvent être intégrées dans les mortiers de maçonnerie ou d'enduit, avec les bénéfices suivants :

- Réduction du retrait de séchage, grâce à une meilleure stabilité volumique,
- Amélioration de l'adhérence sur les supports minéraux,
- Possibilité de formulation de mortiers plus respirants pour le bâti ancien.

Ces propriétés en font un matériau de choix pour la réhabilitation durable et la construction de bâtiments à faible empreinte carbone. (Udoeyo & Dashibil, 2002)

I.12.3. Adaptabilité aux éco-constructions rurales et locales

En zones rurales, notamment dans les régions productrices de dattes, les DPA peuvent :

- Être utilisées dans la fabrication locale de briques, blocs, et dalles,
- Réduire les coûts de transport et de production,
- Favoriser l'autoconstruction écologique.

Cette accessibilité locale renforce la souveraineté matérielle et l'économie circulaire. (Deo, 2015)

1.13. Conclusion :

La présente étude met en lumière le potentiel remarquable des cendres de palmier dattier (DPA) en tant qu'ajout cimentaire alternatif et durable. Grâce à leur richesse en silice amorphe, les DPA participent activement à la réaction pouzzolanique, favorisant ainsi la formation secondaire de gels C-S-H et contribuant à l'amélioration de la microstructure du béton, notamment par la réduction de la porosité et l'augmentation de la densité. Ces effets se traduisent par un renforcement de la résistance mécanique et une meilleure durabilité face aux agressions chimiques telles que les sulfates et les chlorures. Sur le plan environnemental, l'incorporation des DPA dans le ciment permet une diminution significative de l'empreinte carbone, tout en valorisant un déchet agricole local abondant, ce qui s'inscrit pleinement dans une logique d'économie circulaire. Les recherches indiquent qu'un dosage optimal compris entre 10 et 20 % permet de concilier performance, durabilité et impact écologique réduit. À terme, la valorisation des DPA représente une piste prometteuse pour le développement de matériaux de construction écologiques, économiques et adaptés aux besoins des régions rurales.

CHAPITRE II

PLANS D'EXPERIENCES

II.1. Introduction

La planification expérimentale, communément appelée plan d'expériences (Design of Experiments - DOE), est un outil fondamental pour comprendre l'effet de plusieurs variables sur un phénomène d'intérêt. Elle permet d'optimiser les essais, de minimiser les coûts, et de garantir la qualité des résultats obtenus.

Selon **Montgomery (2017)**, le plan d'expériences vise « à concevoir des expériences de manière structurée afin de maximiser l'information utile extraite avec un minimum de ressources ».

Ainsi, une expérimentation rigoureuse facilite l'analyse statistique, améliore la compréhension des processus, et soutient la prise de décision fondée sur des données fiables. (Montgomery, 2017)

II.2. les plans d'expériences

II. 2. 1. Définition

Un plan d'expériences, ou Design of Experiments (DOE), est une stratégie méthodique de conduite des expériences qui permet d'explorer de manière structurée l'effet des facteurs influençant un phénomène donné. Il s'agit d'une approche qui vise à extraire le maximum d'informations à partir d'un nombre limité d'essais expérimentaux.

Selon (Fisher, 1935), pionnier du DOE, « *l'objectif principal d'un plan d'expériences est d'organiser les essais de manière à ce que l'interprétation des résultats soit la plus précise et la plus fiable possible* ».

Aujourd'hui, cette méthode est considérée comme essentielle dans de nombreux domaines scientifiques et industriels. (Fisher, 1935).

II.2. 2. Facteur

Dans un plan d'expériences, un **facteur** désigne une variable contrôlée que l'on modifie pour étudier son influence sur la réponse mesurée. Chaque facteur peut prendre plusieurs niveaux ou modalités, ce qui permet d'explorer comment différentes conditions affectent le phénomène étudié.

D'après les travaux de (Montgomery, 2017), la sélection appropriée des facteurs et de leurs niveaux est cruciale pour assurer la qualité et l'efficacité de l'expérience.

Les facteurs peuvent être qualitatifs (par exemple, le type de matériau) ou quantitatifs (comme la température ou la pression). (Montgomery, 2017)

II.2. 3. Réponse

La réponse est la variable mesurée dans un plan d'expériences, reflétant l'effet des facteurs étudiés. Elle peut être quantitative (comme une résistance) ou qualitative (présence d'un

défaut). Une définition précise de la réponse est indispensable pour obtenir des résultats fiables et interprétables. (Box et al., 1978)

II.2. 4. Construction du plan d'expériences

La construction d'un plan d'expériences pour analyser les effets des facteurs repose principalement sur deux approches fondamentales :

- **Les critères d'orthogonalité**, où les plans sont élaborés à partir de règles combinatoires assurant l'indépendance entre les facteurs.
- **Les critères d'optimalité**, où la construction des plans suit des règles algorithmiques visant à optimiser la qualité statistique des résultats obtenus (Wassila, 2014)

II.3. Terminologie

Dans le cadre des plans d'expériences, la **grandeur d'intérêt**, généralement notée y , est appelée **réponse**.

Les **facteurs** sont les variables que l'on modifie volontairement pour étudier leur effet sur la réponse mesurée.

Ces facteurs peuvent être qualitatifs ou quantitatifs et influencent la réponse de façon directe ou par interaction.

La bonne identification des facteurs et la définition précise de la réponse sont essentielles pour garantir la fiabilité des résultats expérimentaux.

Ces deux notions — facteur et réponse — sont devenues fondamentales dans la méthodologie des plans d'expériences (Touati, 2019)

II.3.1 Domaine d'étude

Le **domaine d'étude** désigne l'ensemble des combinaisons possibles des niveaux des facteurs choisis pour l'expérience.

Il représente l'espace expérimental dans lequel on cherche à modéliser et à analyser la réponse. Une bonne définition de ce domaine est indispensable pour garantir que les résultats obtenus soient représentatifs et interprétables.

Comme l'indique (Myers et al., 2016), la précision des conclusions expérimentales dépend directement de la couverture appropriée du domaine d'étude.

II.3.2 Méthodologie expérimentale

La **méthodologie expérimentale** regroupe l'ensemble des étapes suivies pour planifier, exécuter, et analyser une expérience.

Elle comprend la formulation du problème, le choix des facteurs et de leurs niveaux, la sélection du type de plan, la conduite des essais, et l'analyse statistique des données.

Cette méthodologie vise à obtenir des résultats fiables avec un minimum d'essais tout en maximisant l'information utile (Montgomery, 2017)

Elle constitue le socle scientifique sur lequel repose toute décision issue de l'expérimentation.

II.4. L'intérêt des plans d'expériences

Les plans d'expériences offrent plusieurs avantages essentiels dans la conduite des recherches expérimentales. Ils permettent

- d'optimiser le nombre d'essais
- d'identifier les facteurs influents
- de détecter les interactions entre ces facteurs.

Cette approche favorise une meilleure compréhension des phénomènes étudiés tout en réduisant les coûts, les erreurs, et le temps d'expérimentation.

II.5. Notation des plans factoriels fractionnaires

Les plans factoriels fractionnaires permettent d'étudier plusieurs facteurs avec un nombre réduit d'essais.

La notation 2^{k-p} signifie que k facteurs sont étudiés à deux niveaux, avec seulement une fraction $\frac{1}{p^2}$ du plan complet.

Par exemple, un plan 2^{4-1} nécessite seulement 8 essais au lieu de 16, ce qui permet un gain de temps et de ressources tout en conservant l'essentiel des informations analytiques. (Montgomery, 2017)

II.6. Plan de surface de réponse

Les plans de surface de réponse (RSM) sont utilisés pour étudier et optimiser des processus influencés par plusieurs facteurs continus. L'objectif principal est de modéliser la réponse d'un système en fonction de ces facteurs, souvent à l'aide d'un modèle polynomial de second degré. Contrairement aux plans factoriels classiques, les plans de surface de réponse permettent d'explorer les effets quadratiques (comme les termes au carré) et les interactions entre les facteurs, offrant ainsi une compréhension plus complète du comportement du système.

Les deux types les plus utilisés dans les plans de surface de réponse sont :

II.6.1. Plans composites centrés

Les **plans composites centrés (CCD)** combinent des points factoriels, axiaux et centraux pour étudier les effets quadratiques et les interactions entre les facteurs. Ce type de plan est particulièrement efficace pour optimiser des systèmes complexes tout en réduisant le nombre d'essais nécessaires. Il permet de modéliser des relations non linéaires avec une bonne

précision, et est largement utilisé dans divers secteurs industriels pour l'optimisation des processus (Myers et al., 2016).

II.6.2.Plans de Box-Behnken

Les **plans de Box-Behnken** ont été introduits par **Box et Behnken (1960)** pour les modèles du second ordre, permettant ainsi l'estimation des interactions et des effets quadratiques avec une réduction du nombre d'essais nécessaires. Ces plans sont plus économiques que les plans composites centrés pour le même nombre de facteurs, car ils comportent moins de points expérimentaux tout en fournissant des informations similaires.

le plan de Box-Behnken de 3 facteurs possède 15 essais (12 arêtes et 3 points au centre-Figure II. 1)

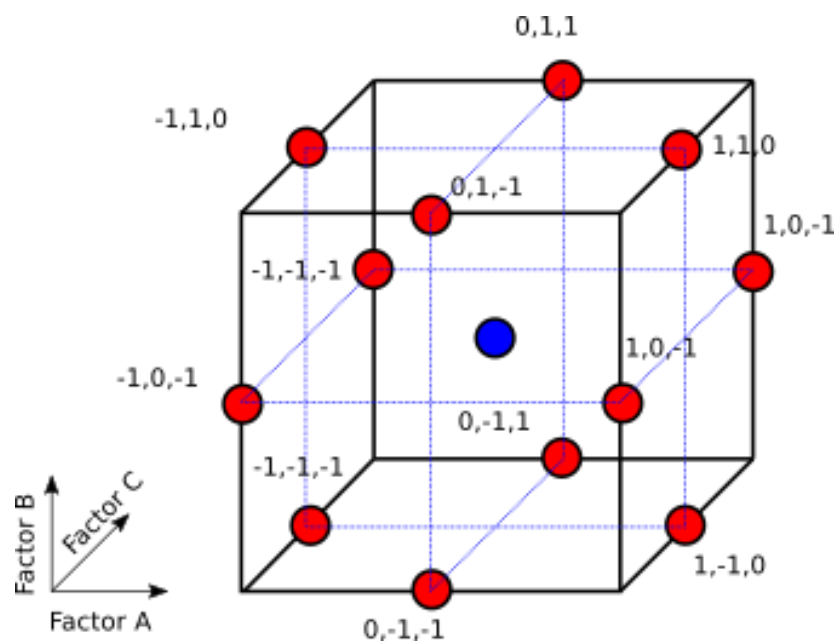


Figure II.1: Plan de Box-Behnken pour trois facteurs

Exemple pour $m=3$ facteurs. Le plan de Box et Behnken a alors la matrice ci-contre.

On vérifie qu'un tel plan est bien à matrice des moments canonique. Il est construit à partir de 3 plans factoriels complets pour $m'=2$ facteurs.

$$D = \begin{pmatrix} -1 & -1 & 0 \\ 1 & -1 & 0 \\ -1 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & -1 \\ 0 & 1 & -1 \\ 0 & -1 & 1 \\ 0 & 1 & 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \pm 1 & \pm 1 & 0 \\ \pm 1 & 0 & \pm 1 \\ 0 & \pm 1 & \pm 1 \end{pmatrix}$$

II.6.2.1. Propriétés des plans de Box-Behnken

- **Trois niveaux pour chaque facteur** : Chaque facteur est étudié à trois niveaux (-1, 0, +1) afin de garantir l'orthogonalité, ce qui permet d'obtenir des estimations précises des effets des facteurs.
- **Séquentialité** : La méthode permet de réaliser des expériences de manière séquentielle, facilitant ainsi l'ajustement du modèle à mesure que de nouvelles données sont recueillies.
- **Erreurs de prédiction réduites** : Les erreurs de prédiction obtenues à partir du modèle sont généralement plus faibles que les erreurs expérimentales, ce qui rend les résultats plus fiables (Kimouche & Gheribi, 2008)

En somme, les **plans de Box-Behnken** sont une option économique et efficace pour l'étude et l'optimisation de processus influencés par plusieurs facteurs, avec un nombre réduit d'essais tout en assurant une précision élevée dans les résultats expérimentaux.

II.7 utilisation des plans d'expériences en génie civil :

Les **plans d'expériences (DOE)** sont utilisés en génie civil pour optimiser la formulation des matériaux comme le béton, réduire le nombre d'essais et mieux comprendre l'effet des paramètres techniques (Montgomery, 2017).

Ils permettent notamment d'**étudier les effets individuels et combinés** de plusieurs facteurs (eau/ciment, adjuvants, granulats...) sur des propriétés comme la résistance ou la durabilité (Ait Hocine, 2015), tout en limitant les coûts de laboratoire.

Les DoE facilitent aussi la **modélisation mathématique** des systèmes testés, permettant des prédictions fiables sans multiplier les expérimentations (Myers et al., 2016).

Exemple d'application :

Un ingénieur civil peut utiliser un **plan de Box-Behnken** pour déterminer l'effet combiné du dosage en ciment, du pourcentage de fibres, et du rapport eau/ciment sur la résistance à la traction d'un béton fibré.

II.8 conclusion

Ce chapitre présente les concepts clés des plans d'expériences, en soulignant leur importance pour optimiser les essais tout en réduisant leur nombre. Le plan Box-Behnken, un plan de surface de réponse efficace, est mis en avant pour son équilibre entre précision statistique et économie de moyens, particulièrement adapté aux études complexes en génie civil. Ces notions théoriques préparent la mise en œuvre expérimentale du chapitre suivant, où ce plan sera appliqué à l'analyse d'un mortier enrichi en cendre de feuilles de palmier.

PARTIE 2 ETUDE EXPERIMENTALE

Chapitre III Matériaux utilisé et procédures expérimentales

III.1 Introduction:

Une utilisation judicieuse des matériaux cimentaires innovants nécessite une connaissance approfondie de leurs propriétés physiques, chimiques et mécaniques, afin d'assurer leur performance et leur durabilité. La valorisation des cendres de palmier dattier comme ajout cimentaire impose ainsi une étude rigoureuse de leurs caractéristiques, tout comme celles des constituants traditionnels du mortier. Pour garantir la fiabilité des résultats, les propriétés des matériaux doivent être déterminées à l'aide de méthodes expérimentales normalisées et précises.

Dans cette optique, l'étude consiste à optimiser une formulation en fonction de la température de cure, du rapport eau/ciment (E/C) ainsi que du pourcentage d'ajout de cendres sur les performances de la pâte de ciment pour confectionner un mortier performant.

La planification des expériences a été réalisée en adoptant le plan de Box-Behnken, permettant une optimisation systématique des variables et une analyse approfondie de leurs interactions. Ce chapitre est donc consacré à l'étude des différentes propriétés des matériaux utilisés, ainsi qu'à la présentation des procédures expérimentales mises en œuvre pour analyser l'impact de ces paramètres sur les caractéristiques du mortier.

III.2. Objectif du travail:

Notre objectif est de valoriser les cendres de palmier dattier sous forme d'ajout cimentaire. Notre travail expérimental consiste à remplacer un pourcentage du ciment par une portion croissante de 5 %, 15 % et 25 % de cendres de palmier dattier, en étudiant l'effet de la température et du rapport E/C. La planification des expériences a été réalisée en adoptant le plan de Box-Behnken.

III.3.Méthodologie du travail pratique:

Le choix des matériaux s'est porté sur leur disponibilité dans la région de Biskra. Les matériaux utilisés sont :

- **Un ciment SPA-CEM I 42.5R (ciment portland)** : de la cimenterie de BISKRA.
- **Le sable d'oued (0/5):** mm de la région de Lioua (wilaya de Biskra).
- **L'eau de gâchage** : Eau de gâchage (l'eau de robinet).
- **Les cendres des déchets de palmier dattier.**

III.4. Matériaux utilisés et leur caractérisation

III.4.1. Le ciment:

Le ciment utilisé est un ciment portland SPA-CEM I 42.5R de la cimenterie de BISKRA. La figure III.1 ci-après représente le ciment utilisé dans ce travail:



Figure III.1 : Ciment utilisé SPA-CEM I 42.5R

III.4.1.1 Les caractéristiques chimiques et minéralogiques des ciments utilisés EN 196-2:

La composition chimique et minéralogique du ciment a été effectuée au niveau du laboratoire de la cimenterie de BISKRA, par la norme algérienne NA 442-2013. Cette fiche est basée sur les informations disponibles sur le site officiel de l'entreprise, les analyses sont résumées dans les tableaux : III.1 et III.2

Tableau III.1: la composition chimique du ciment

Analyses chimiques (%)	Valeur
Perte au feu	26-37
Teneur en sulfates (SO ₃)	2.2-2.8
Teneur en Oxyde de Magnésium(MgO)	1.7-2.8
8 Teneur en Chlorures (Cl ⁻)	0.03-0.07

Tableau III.2: la composition minéralogique (Formule de Bogue)

Composition minéralogique SPA-CEM I 42.5R	
C3S	56-66
C2S	5.1-7.2

III.4.1.2 Propriétés physiques:**Tableau III.3:** Caractéristiques du ciment [FICHE TECHNIQUE].

Propriété physique	Valeur	Unite
Masse volumique absolue	2.85	g/cm ³
Masse volumique apparente	0.97	g/cm ³
Temps de début de prise	150-190	Minutes
Temps de fin de prise	220-250	Minutes
Consistance normale	25.8-26.4	%
Expansion a chaud	0.25-1.0	Mm

III.4.1.3. Caractéristiques mécaniques du ciment:**Tableau III.4:** Propriétés du ciment du fiche techniques.

Propriété mécanique	Valeur	Unité
Résistance à la compression à 2 jours	20-29	MPa
Résistance à la compression à 28 jours	42.5-52.5	MPa

III.4.2 Eau:

En référence à la norme NF EN 1008, l'eau utilisée lors de la fabrication des mélanges de mortier est l'eau potable du robinet du laboratoire de matériau de construction du département de génie civil et hydraulique à l'université de Biskra.



Figure III.2: L'eau du robinet du Laboratoire

III.4.3 Sable:

Le sable est le constituant du squelette granulaire qui a le plus d'impact sur les qualités du mortier. Il joue un rôle primordial en réduisant les variations volumiques et les chaleurs dégagées. Il doit être propre et ne pas contenir d'éléments nocifs.

✚ Nous avons utilisé un sable d'oued local prélevé de la région de Lioua (wilaya de Biskra).

Le type de sable présentés sur le figure suivante III.3



Figure III.3: sable d'oued

III.4.3.1 Les caractéristiques physiques du sable :

✚ **La Masse volumique apparente (NF P 18-555):**

Rapport entre la masse du matériau sec (en kg) et le volume qu'il occupe (en m^3), y compris les vides entre les grains.

Le résultat de la masse volumique apparente de sable figure dans le tableau suivant:

Tableau III.5: masse volumique apparente du sable d'oued

Essai	M0 (g)	M1(g)	V (cm ³)	ρ_{app} (g/ cm ³)	$\rho_{app_{moy}}$ (g/ cm ³)
1	350.72	1929.84	1000	1.57	1.575
2	351.5	1933.36	1000	1.58	

La figure (III.4) résume les étapes du mode opératoire de l'essai de la masse volumique apparente qui a été pratiquée dans notre laboratoire.

**Figure III.4:** Essai de la masse volumique apparente du sable d'oued

✚ **Masse volumique absolue :** (la norme NF P 18-555)

La masse volumique absolue :

**Figure III. 5:** masse volumique absolue de sable d'oued

Les valeurs des masses absolues sont présentées dans le tableau III.6:

Tableau III.6: masses volumique absolue de sable d'oued

Type de sable	N° d'essai	M(g)	V1(L)	V2(L)	Mabs (g/cm)	Mabs moy (g/cm)
Sable d'oued	1	300	250	363	2.65	2.65
	2	300	250	363	2.65	

✚ Equivalent de sable :(EN P18-598) :

Elle spécifie une méthode d'essai connue sous le nom d'Équivalent de Sable, qui est utilisée pour évaluer la proportion d'impuretés fines (argile, poussière fine) dans les granulats fins (sable), et pour déterminer leur propreté et leur qualité.

- L'équivalent de sable visuel est défini par : $ESV = h_1/h_2 \times 100 \%$
- L'équivalent de sable par piston est défini par : $ESP = h_1/h_2' \times 100\%$



Figure III.6: Equivalent de sable

Tableau III. 7: Qualité du sable en fonction des valeurs d'équivalent de sable ESV et ESP.

E.S.V	E.S.P	Nature et qualité du sable
ES<65	ES<60	Sable argileux : Risque de retrait ou de gonflement rejeter pour des bétons de qualité.
65<ES<75	65<ES<70	Sable légèrement argileux de propriété admissible pour des bétons de qualité courante quand on ne craint pas particulièrement le retrait.

$75 \leq ES \leq 85$	$70 \leq ES \leq 80$	Sable propre à faible pourcentage de farine argileuse convient parfaitement pour des bétons de hautes qualités.
$E.S \geq 85$	$E.S > 80$	Sable très propre : L'absence totale de fines argileuses risque d'entraîner un défaut de plasticité du béton qu'il faudra rattraper par une augmentation du dosage en eau

Tableau III.8 : Résultats d'équivalent du sable

ES final	ESP (%)	ESV (%)	h_2' (cm)	h_2 (cm)	h_1 (cm)	Essai
84.9	84.3	85.5	14.0	13.8	11.8	Essai 1
85.4	85.1	85.7	14.1	14.0	12.0	Essai 2
85.15	/	/	/	/	/	Moyenne

L'essai d'équivalent de sable, effectué selon la norme NF P 18-598, a été réalisé sur deux échantillons prélevés. Les résultats obtenus indiquent une valeur moyenne finale de 85,15 %, témoignant de la bonne qualité du sable.

Absorption d'eau (P18-555) :

L'absorption d'eau Ab (%) d'une substance correspond au rapport, exprimé en pourcentage, entre la masse d'eau qu'elle contient et la masse de cette même substance à l'état sec.

$$Ab(\%) = 100 (M_a - M_s / M_s)$$

M_s : Peser la matière sèche après 24 heures.

M_a : poids de matière humide après 24 heures.

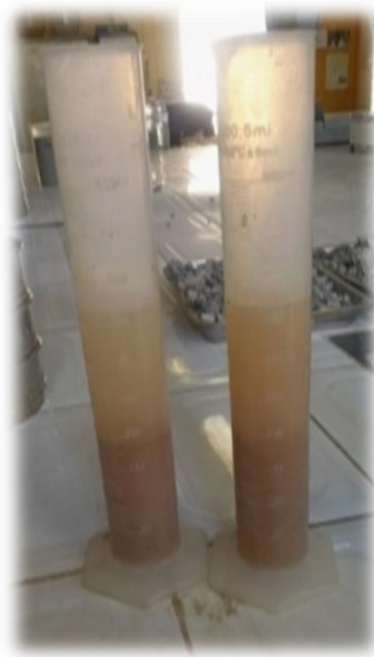


Figure III.7: Détermination Absorption d'eau

Tableau III.9: Absorption d'eau de sable d'oued

Absorption d'eau (%)	Poids humide (g)	Poids sèche (g)	Essai
2.46	122.95	120.00	Essai1
2.54	123.05	120.00	Essai2
2.50	/	/	moyenne

III.4.3.2 Les caractéristiques géométriques:

a) L'analyse granulométrique NF EN 933-1

La masse de sable est calculée par la formule suivante :

MS : (Masse de sable) $\geq 0.2D_{max}$. $D_{max} = 5 \text{ mm}$ on a pris MS = 2 kg)



Figure III.8: les formes des grains



Figure III.1: Tamis sur la tamiseuse électrique.

-Les tableaux suivants présentent l'analyse granulométrique de 2kg d'échantillon de sable:

Tableau III.2: Analyse granulométrique d'un sable d'oued

Tamis (mm)	Refus partiel (g)	Refus cumulé (g)	Refus cumulé (%)	Tamisât (%)
5	0.8	0.8	0.04	99.96
3.15	160.97	160.97	8.04	91.96
2.5	91.96	252.93	12.646	87.35
1.25	159.49	412.42	20.62	79.38
0.63	236.3	648.72	32.43	67.57
0.315	882.04	1530.76	76.53	23.47
0.16	359.01	1889.77	94.48	5.52
0.08	86.59	1976.36	98.81	1.19
Fond	19.89	1996.25	99.81	0.19

III.4.4 Les cendre des déchets de palmier dattier :

III.4.4.1 Méthode de préparation des cendres du palmier dattier :

Dans le cadre de cette expérience, nous avons utilisé des feuilles sèches du palmier dattier comme ajout. Voici les étapes de préparation :

1. Séchage naturel

Les feuilles du palmier dattier a été laissé à l'air libre jusqu'à séchage complet.



Figure III.10: Séchage des feuilles de palmier dattier à l'air libre

2. Combustion

Une fois bien sec, il a été brûlé jusqu'à obtention d'un résidu de cendre fine.



Figure III.11: Combustion des feuilles de palmier dattier

3. Tamisage

Le produit obtenu a été tamisé à travers un tamis de 0,08 mm (80 μ m) afin d'éliminer les particules grossières et obtenir une poudre homogène.



Figure III.12: Tamisage des cendres à travers un tamis de 0,08 mm

✚ La Masse volumique apparente

Rapport entre la masse du matériau sec (en g) et le volume qu'il occupe (en cm^3), y compris les vides entre les grains.

La masse volumique apparente a été déterminée expérimentalement au laboratoire

$$\delta = 0.335 \text{ (g/cm}^3\text{)}$$

✚ **Masse volumique absolue :** La masse volumique absolue a été déterminée expérimentalement au laboratoire $\delta = 2 \text{ (g/cm}^3\text{)}$

III.5. Procédure expérimentale :

L'optimisation est faite en étudiant la pâte de ciment en variant la teneur en cendre, le rapport E/C et la température de cure selon un plan bien déterminé (Box Benkhen) dont la matrice d'expérimentation est représentée sur le tableau suivant :

Tableau III.11 : Matrice d'expérimentation

N° d'essai	Variables réelles		
	C (%)	E/C	T (°C)
(01)	5	0.4	50
(02)	25	0.4	50
(03)	5	0.45	50
(04)	25	0.45	50
(05)	5	0.425	20

(06)	25	0.425	20
(07)	5	0.425	80
(08)	25	0.425	80
(09)	15	0.4	20
(10)	15	0.45	20
(11)	15	0.4	80
(12)	15	0.45	80
(13)	15	0.425	50
(14)	15	0.425	50
(15)	15	0.425	50

Les propriétés de la pâte de ciment à l'état durci étudiées sont :

- ✓ Les résistances mécaniques à la compression

Pour cela des éprouvettes 5×5×5cm sont utilisées :

- ✓ 04 éprouvettes de pâte de ciment + cendre de palmier dattier : 04ép (28j) à 20°C
- ✓ 07 éprouvettes de pâte de ciment + cendre de palmier dattier : 04ép (02j) en étuve à 50°C
- ✓ 04 éprouvettes de pâte de ciment + cendre de palmier dattier : 04ép (02j) en étuve à 80°C
- ✓ 01 éprouvette de pâte de ciment : 01ép (28j) à 20°C
- ✓ 01 éprouvette de pâte de ciment : 01ép (02j) en étuve à 50°C
- ✓ 01 éprouvette de pâte de ciment : 01ép (02j) en étuve à 50°C.

Une fois on a obtenu la formulation optimale on passe à l'étude du mortier

- Les propriétés du mortier à l'état durci étudiées sont :
 - masse volumique
 - les résistances mécaniques à la traction par flexion et en suite à la compression
 - l'absorption

Pour cela des éprouvettes 4×4×16 cm sont utilisées :

- ✓ 03 éprouvettes de (MT:mortier témoin): 03ép (02j) en étuve à 80°C
- ✓ 06 éprouvettes de (mortier avec cendre de palmier dattier 5%): 03ép (02j)+1% de super plastifiant + 03ép (2j)+E/C=0.6

III.6. Préparation des Pate:

III.6.1 Calcul des composants de Plan de Box-Behnken:

mélange01:

$$c=5\% \quad E/C=0.4 \quad T=50^{\circ}\text{C}$$

$$C = 570 \text{ g} ; \quad E=600 \times 0.4 = 240\text{ml} \quad ; \quad c=30\text{g}$$

❖ mélange02:

$$c=25\% \quad E/C=0.4 \quad T=50^{\circ}\text{C}$$

$$C = 450 \text{ g} ; \quad E=600 \times 0.4 = 240\text{ml} \quad ; \quad c=150\text{g}$$

❖ mélange03:

$$c=5\% \quad E/C=0.45 \quad T=50^{\circ}\text{C}$$

$$C = 570 \text{ g} ; \quad E=600 \times 0.45 = 270\text{ml} \quad ; \quad c=30\text{g}$$

❖ mélange04:

$$c=25\% \quad E/C=0.45 \quad T=50^{\circ}\text{C}$$

$$C = 450\text{g} ; \quad E=600 \times 0.45 = 270\text{ml} \quad ; \quad c=150\text{g}$$

❖ mélange05:

$$c=5\% \quad E/C=0.425 \quad T=20^{\circ}\text{C}$$

$$C = 570 \text{ g} ; \quad E=600 \times 0.425 = 255\text{ml} \quad ; \quad c=30\text{g}$$

❖ mélange06:

$$c=25\% \quad E/C=0.425 \quad T=20^{\circ}\text{C}$$

$$C = 450\text{g} ; \quad E=600 \times 0.425 = 255\text{ml} \quad ; \quad c=150\text{g}$$

❖ mélange07:

$$c=5\% \quad E/C=0.425 \quad T=80^{\circ}\text{C}$$

$$C = 570 \text{ g} ; \quad E=600 \times 0.425 = 255\text{ml} \quad ; \quad c=30\text{g}$$

❖ mélange08:

$$c=25\% \quad E/C=0.425 \quad T=80^{\circ}\text{C}$$

$$C = 450 \text{ g} ; \quad E=600 \times 0.425 = 255\text{ml} \quad ; \quad c=150\text{g}$$

❖ mélange09:

$$c=15\% \quad E/C=0.4 \quad T=20^{\circ}\text{C}$$

$$C = 510 \text{ g} ; \quad E=600 \times 0.4 = 240\text{ml} \quad ; \quad c=90\text{g}$$

❖ mélange10:

$$c=15\% \quad E/C=0.45 \quad T=20^{\circ}\text{C}$$

$$C = 510 \text{ g} ; \quad E=600 \times 0.45 = 270\text{ml} \quad ; \quad c=90\text{g}$$

❖ mélange11:

$c=15\%$ $E/C=0.4$ $T=80^{\circ}\text{C}$

$C = 510 \text{ g}$; $E=600 \times 0.4 = 240\text{ml}$; $c=90\text{g}$

❖ **mélange12:**

$c=15\%$ $E/C=0.45$ $T=80^{\circ}\text{C}$

$C = 510 \text{ g}$; $E=600 \times 0.45 = 270\text{ml}$; $c=90\text{g}$

❖ **mélange13:**

$c=15\%$ $E/C=0.425$ $T=50^{\circ}\text{C}$

$C = 510 \text{ g}$; $E=600 \times 0.425 = 255\text{ml}$; $c=90\text{g}$

❖ **mélange14:**

$c=15\%$ $E/C=0.425$ $T=50^{\circ}\text{C}$

$C = 510 \text{ g}$; $E=600 \times 0.425 = 255\text{ml}$; $c=90\text{g}$

❖ **mélange15:**

$c=15\%$ $E/C=0.425$ $T=50^{\circ}\text{C}$

$C = 510 \text{ g}$; $E=600 \times 0.425 = 255\text{ml}$; $c=90\text{g}$

III.6.2 Calcul des composants de pâte de ciment témoin :

Tableau III.12 : Les composants de pâte de ciment témoin

E/C	0.4	0.4	0.4
T (C°)	20°	50°C	80°C
C (g)	600	600	600
E (ml)	240	240	240

III.6.3 Calcul des composants de mortier :

Tableau III.13: Les composants de mortier

E/C	0.50	0.50
T (C°)	20	20
C (g)	450	382.5
S (g)	1350	1350
E (ml)	255	255
C (%)	0	15



Figure III.13 : Pesage des composants de la pâte de ciment

III.6.4 Préparation du mélange cimentaire avec cendres de palmier dattier

Les quantités nécessaires de **ciment**, **eau** et **cendres de palmier dattier** ont été pesées avec précision. Le protocole de malaxage a été réalisé comme suit :

1. Le **ciment** et les **cendres** ont été introduits dans le malaxeur, puis mélangés à **vitesse 1 pendant 30 secondes**.
2. L'**eau** a ensuite été ajoutée **progressivement pendant 60 secondes** tout en poursuivant le malaxage.
3. Le malaxeur a été **arrêté pendant 30 secondes** afin de **nettoyer les bords** du bol et **laisser reposer** le mélange brièvement.
4. Le malaxage a repris pour **30 secondes à vitesse 1**, suivi de **30 secondes à vitesse 2** afin d'assurer une homogénéisation complète du mélange.



Figure III.14: Malaxeur d'une capacité maximale de 5 L



Figure III.15: Malaxage des composants de la pâte de ciment.

III.6.5 Confection des éprouvettes de la pâte de ciment:

Des éprouvettes de pâte de ciment ont été préparées à l'aide de moules métalliques de dimensions $5 \times 5 \times 5 \text{ cm}^3$, destinées aux essais de la compression. La pâte utilisée est formulée à partir de ciment CEM I 42.5, d'eau et d'un ajout partiel de cendres de palmier dattier.

Les moules à trois alvéoles ont été préalablement huilés. La première couche a été versée, étalée uniformément à l'aide d'une spatule, puis compactée

Ensuite, la seconde couche a été ajoutée, nivelée avec soin

Après le retrait de la hausse, l'excédent de pâte a été arasé, puis la surface des éprouvettes a été lissée. Les moules ont été recouverts d'un film plastique pour maintenir l'humidité, et le démoulage a été effectué après 24 heures (voir Figure III.16). Les éprouvettes ont ensuite été conservées dans des conditions appropriées jusqu'aux essais.



Figure III.16: Moule métallique



Figure III.17: Les éprouvettes après démoulage



Figure III.18: Pesage des composants du mortier

III.6.6 Malaxage des composants du mortier EN 196-1

Pour le malaxage des constituants, un malaxeur à mortier de capacité 5 litres selon les étapes suivantes :

Les quantités nécessaires de **ciment**, **sable**, **eau**, et **cendres de palmier dattier** ont été soigneusement pesées. Le protocole de préparation du mortier s'est déroulé comme suit :

1. Le **ciment**, les **cendres**, et le **sable** ont été introduits dans le malaxeur, puis mélangés à **vitesse 1 (lent) pendant 30 secondes**.
2. L'**eau** a été ajoutée **progressivement pendant 60 secondes**, tout en poursuivant le malaxage.
3. Le malaxeur a été **arrêté pendant 30 secondes** pour **nettoyer les parois** et **laisser reposer** le mélange.

4. Le malaxage a repris pour **30 secondes à vitesse 1**, puis **30 secondes à vitesse 2 (rapide)**, afin d'obtenir une pâte homogène prête à l'emploi.



Figure III.19: Malaxeur d'une capacité maximale de 5 L



Figure III.20: Malaxage des composants du mortier.

III.6.7 Confection des éprouvettes de mortier:

Des éprouvettes de dimensions $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ ont été fabriquées pour réaliser les essais de flexion et de compression. Le mortier frais a été coulé dans des moules métalliques huilés au préalable (voir figure III. 21). Une fois le moule métallique à trois alvéoles fixé fermement sur la table à choc avec sa hausse. (Une première couche de mortier est versée, étalée uniformément à l'aide d'une grande spatule, puis compactée à l'aide de 30 chocs. Ensuite, la seconde couche est ajoutée, nivelée avec une petite spatule et compactée à nouveau par 30 chocs. Après avoir retiré la hausse, le surplus de mortier est arasé, puis la surface des éprouvettes est lissée.

Enfin, les moules remplis sont recouverts d'un film plastique (voir figure III.22) jusqu'au démoulage, effectué après 24 heures.



Figure III.21: La table à choc



Figure III.22: conservation des moules



Figure III.23: Les éprouvettes après démoulage

III.7.Essais sur le mortier

III.7.1 Essais sur Le mortier à l'état frais

❖ Essai d'étalement à la table à secousse : EN 12-358

D'après la norme EN 12358, l'essai d'étalement évalue principalement la fluidité du béton ou du mortier, c'est-à-dire leur capacité à s'étaler par écoulement. Il s'effectue sur une table générant des secousses verticales à l'aide d'une manivelle.

On démoule sur la table un tronc de cône et on le soumet à une série de 30 secousses, ensuite on mesure le diamètre d'étalement $E = (D'2 + D2)/2$ Avec: $D'2$ et $D2$ = Diamètre final dans deux axes.

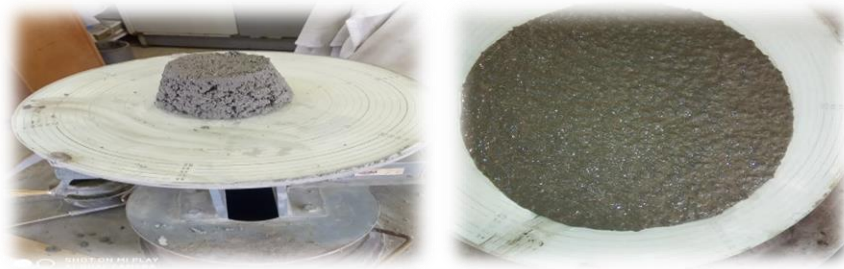


Figure III.24: L'essai d'étalement

❖ **La masse volumique (Evaluation des masses volumiques apparentes) :**

Les masses volumiques apparentes des mortiers sont déterminées conformément à la norme **NF EN 1015-6/A1 : 2007**.

M vide : la masse du récipient vide en g

M rempli : la masse du récipient rempli de matériau en g

V : volume du récipient en cm³

La masse volumique est alors calculée en divisant la masse sur le volume par la formule suivante :

$$\rho = \frac{M \text{ rempli} - M \text{ vide}}{V}$$



Figure III.22: Les moules métalliques vides



Figure III.3: Les moules métalliques remplis

III.7.2. Essais sur Le mortier à l'état durci

III .7.2.1 Essais de caractérisation mécanique:

III.7.2.1.1 Mesure des résistances mécaniques :

❖ **Essai de résistance à la flexion et traction par flexion : EN 196-1:**

La résistance à la flexion peut être mesurée au moyen d'une machine d'essai de résistance à la flexion ou en utilisant un dispositif approprié dans une machine d'essai de résistance à la compression. Dans les deux cas, l'appareil d'essai pour la détermination de la résistance à la flexion doit permettre d'appliquer des charges jusqu'à 10 kN avec une précision égale à ± 1.0

% de la charge enregistrée, à une vitesse de mise en charge de (50 ± 10) N/s. Pour chaque essai, 2 éprouvettes ont été testées, la valeur retenue présente la moyenne des deux.

L'expression des résultats sera donnée par la relation :

$$R_{fl} = 1.5 (F_f / b^3) \times L$$

R_{fl} : Résistance à la flexion en MPa.

F_f : Charge de rupture de l'éprouvette en flexion N.

L : Longueur qui sépare les deux appuis.



Figure III.27: appareil de flexion

➤ Essais de compression (EN 196-1):

- ❖ Centrer chaque demi-prisme latéralement par rapport aux plateaux de la machine à ± 0.5 mm après et longitudinalement de façon que le bout du prisme soit en porte-à-faux par rapport aux plateaux d'environ 10 mm.
- ❖ Augmenter la charge avec une vitesse de $2400 \text{ N/s} \pm 1200 \text{ N/s}$ durant toute l'application de la charge jusqu'à la rupture (compenser la décroissance de vitesse de la charge à l'approche de la rupture).
- ❖ La résistance en compression R_c (en N/mm^2) est calculée au moyen de la formule :

$$R_c = \frac{F_c}{1600}$$

R_c : est la résistance en compression, en newtons par millimètre carré ou en MPa

F_c : est la charge maximale à la rupture, en newtons



Figure III.28: Presse de compression

❖ **Absorption par immersion :**

L'essai d'absorption par immersion a été effectué effectivement, en séchant des éprouvettes ($4 \times 4 \times 16$ cm) du mortier à l'étuve jusqu'à masse constante (pour le mortier témoin dans une température 105°C et pour les mortiers contenant un pourcentage en plastique dans une température 75°C ensuite en les immergeant totalement dans l'eau pendant 24 h, à la pression atmosphérique.



Figure III.29: Absorption par immersion

III.8 Conclusion:

En conclusion, ce chapitre a exposé l'ensemble des matériaux mobilisés, les formulations étudiées, ainsi que les protocoles expérimentaux adoptés, constituant ainsi la base méthodologique de cette étude.

Chapitre IV

RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1.introduction

Ce chapitre a présenté le programme expérimental développé pour étudier l'effet de trois paramètres le pourcentage de cendre de palmier dattier, le rapport eau/ciment (E/C) et la température sur la résistance à la compression de la pâte. Les matériaux, les dosages, les conditions de cure ainsi que les procédures d'essais ont été décrits. Un plan d'expérience de type Box-Behnken a été adopté afin de modéliser l'effet des facteurs étudiés et d'identifier les conditions optimales de formulation pour étudier le mortier.

IV. 2. Programmes expérimentaux

IV. 2.1.Domaine de variation des paramètres pour le plan de Box-Behnken

Les trois facteurs jugés susceptibles d'affecter la résistance à la compression sont tous des facteurs quantitatifs, c'est-à-dire des facteurs dont on peut maîtriser le réglage et qui peuvent adopter toutes les valeurs numériques réelles dans l'intervalle choisi.

Ainsi, nous avons les facteurs et leurs domaines de variation comme suit :

- La température (T) compris entre 20°C et 80C°. Le choix de cette valeur expérimentale est basé sur les données de littératures précédentes.
- Le rapport E/C entre 0.4 et 0.45.
- pourcentages des cendres des déchets de palmiers dattier entre 5% et 25%.

Le tableau IV.1 montre les trois facteurs qui ont été étudiés simultanément afin de quantifier l'effet de chacun d'entre eux sur la résistance mécanique de la pâte de ciment.

Les expériences de formulation ont été réalisées selon un plan d'expériences de surface avec trois niveaux et trois variables. .La réponse choisie est la résistance en compression de la pâte de ciment.

Le tableau IV.1 regroupe les niveaux bas et haut pour chaque variable.

Tableau IV.1 : Domaine de variation des paramètres pour le plan de Box-Behnken.

Facteurs	T (°C)	E/C	Cendre (%)
Niveau bas	20	0.4	5
Niveau centre	50	0.425	15
Niveau haut	80	0.5	25

La matrice d'expérimentation est illustrée dans le tableau IV.2.

Tableau IV.2 : matrice d'expérimentation en variable réelles et en variable codées.

Variables réelles			Variable codées			
N°d'essa i	C (%)	E/C	T (°C)	C	E/C	T
(01)	5	0.4	50	-1	-1	0
(02)	25	0.4	50	1	-1	0
(03)	5	0.45	50	-1	1	0
(04)	25	0.45	50	1	1	0
(05)	5	0.425	20	-1	0	-1
(06)	25	0.425	20	1	0	-1
(07)	5	0.425	80	-1	0	1
(08)	25	0.425	80	1	0	1
(09)	15	0.4	20	0	-1	-1
(10)	15	0.45	20	0	1	-1
(11)	15	0.4	80	0	-1	1
(12)	15	0.45	80	0	1	1
(13)	15	0.425	50	0	0	0
(14)	15	0.425	50	0	0	0
(15)	15	0.425	50	0	0	0

IV.2.2 Analyse statistique des résultats obtenus par le plan Box Benkhen :

Le logiciel Design-Expert V13.0.5.0 est utilisé pour effectuer une analyse de régression quadratique des données présentées dans le tableau IV.1.

La régression quadratique des données présentées dans le tableau 4.1. La relation entre les variables de réponse Y (Rc et M) et les facteurs d'influence X1 (pourcentage de C), X2 (E/C)

et X3 (degré de T) est présentée à l'aide des équations de régression du second ordre dans le tableau IV.2.

Tableau IV.3 : Conception expérimentale et résultats.

Essais	Facteur 1 C (%)	Facteur 2 E/C	Facteur 3 T (C°)	Réponses	
				Rc (MPa)	M (g/cm ³)
1	5	0,4	50	48,55	242,96
2	25	0,4	50	34,9	233,63
3	5	0,45	50	39,73	232,9
4	25	0,45	50	30,37	229,75
5	5	0,425	20	37	242,2
6	25	0,425	20	32	232,01
7	5	0,425	80	36,69	230,07
8	25	0,425	80	34	230,15
9	15	0,4	20	40	244,2
10	15	0,45	20	30	235,19
11	15	0,4	80	38	237,1
12	15	0,45	80	35	227,45
13	15	0,425	50	33	238,27
14	15	0,425	50	32	238,6
15	15	0,425	50	33	238,29

IV.3.ANOVA et analyse des interactions

Lors de l'analyse de la variance, il est évident que les valeurs R^2 de la résistance à la compression et la masse volumique sont respectivement égales à 0,9039 et 0,9905, indiquant une bonne corrélation entre les valeurs prédites et les valeurs réelles. Cela confirme que le modèle de régression correspond bien aux différents tests effectués sur les données. En outre, le R^2 ajusté est égal à 0,7309 et 0,9733 respectivement. Ainsi, le modèle quadratique peut expliquer 90,39 % et 99,05% des variations des valeurs de réponse (Rc et M). Seuls 9,61%, et 0,95% de la variance totale restent inexpliqués.

a- résistance mécanique en compression :

Tableau IV.4 : Analyse de la variance du modèle quadratique

	Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-value	p-value	
Réponse 1 : Résistance à la compression Rc (MPa)	Model	284,35	9	31,59	5,22	0,0417	Signifiant
	A-C	117,81	1	117,81	19,48	0,0069	
	B-E/C	86,79	1	86,79	14,35	0,0128	
	C-T	2,75	1	2,75	0,4547	0,5300	
	AB	4,60	1	4,60	0,7609	0,4230	
	AC	1,33	1	1,33	0,2206	0,6583	
	BC	12,25	1	12,25	2,03	0,2139	
	A ²	22,10	1	22,10	3,66	0,1141	
	B ²	39,58	1	39,58	6,55	0,0507	
	C ²	0,1345	1	0,1345	0,0222	0,8873	
Residual	30,23	5	6,05				
Cor Total	314,59	14			R²	0,9039	
Fit Statistics	Std. Dev.	2,46			Adjusted R²	0,7309	
	Mean	35,62			Predicted R²	-0,5086	
	C.V. %	6,90			Adeq Precision	8,3026	

Modélisation de RC :

Le modèle mathématique postulé est un modèle du second degré :

$$R_c \text{ (MPa)} = 32,67 - 3,84 C - 3,29 E/C + 0,5862 T + 1,07 C \cdot E/C + 0,5775 C \cdot T + 1,75 E/C \cdot T + 2,45 C^2 + 3,27 E/C^2 - 0,1908 T^2.$$

D'après le tableau IV.5 il est clair que la résistance à la compression du ciment est influencé principalement par le pourcentage de cendres des déchets de palmier ensuite par le rapport E/C ,cela est due à la réaction pouzzolanique des cendres et la création des nouvelles C-S-H, ce résultat est identique avec les constatation du ((Akon et al., 2024)), ils sont indiqués que l'augmentation de la résistance pour des taux de substitution allant jusqu'à 15 % des cendres de palmier dattier. Les indices d'activités pouzzolaniques à 28 jours sont tous supérieurs à 0,67 pour tous les taux de substitution. Ces résultats montrent que cette cendre peut être utilisée comme ajout cimentaire.

Tableau .IV.5 : Les valeurs des coefficients du modèle mathématique de la résistance a la compression

Coefficient	Valeur
constant	32.67
A:C	-3.84
B:E/C	-3.29
C:T	0.5862
AA : C*E/C	1.07
AB : C*T	0.5775
AC : E/C*T	1.75
BB:C ²	2.45
BC:E/C ²	3.27
CC:T ²	-0.1908

b- masse volumique

Tableau IV.6 : Analyse de la variance du modèle quadratique

	Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-value	p-value	
Réponse 2 : La masse volumique (g/cm ³)	Model	378,71	9	42,08	57,71	0,0002	signifiant
	A-C	63,79	1	63,79	87,48	0,0002	
	B-E/C	132,85	1	132,85	182,19	< 0.0001	
	C-T	103,90	1	103,90	142,49	< 0.0001	
	AB	9,55	1	9,55	13,10	0,0152	
	AC	26,37	1	26,37	36,16	0,0018	
	BC	0,1024	1	0,1024	0,1404	0,7232	
	A ²	32,73	1	32,73	44,88	0,0011	
	B ²	1,33	1	1,33	1,82	0,2351	
	C ²	11,99	1	11,99	16,45	0,0098	
Residual	3,65	5	0,7291				
Cor Total	382,36	14			R²	0,9905	
Fit Statistics	Std. Dev.	0,8539			Adjusted R²	0,9733	
	Mean	235,52			Predicted R²	0,8499	
	C.V. %	0,3626			Adeq Precision	22,0273	

Modélisation de la masse volumique :

Le modèle mathématique postulé est un modèle du second degré.

$$M \text{ (g/cm}^3\text{)} = 238,39 - 2,82 C - 4,08 E/C - 3,60 T + 1,55 C \cdot E/C + 2,57 C \cdot T - 0,1600 E/C \cdot T - 2,98 C^2 - 0,5996 E/C^2 - 1,80 T^2.$$

Avec :

C: cendre des déchets de palmier dattier.

E/C : le rapport eau/ciment.

T: température.

Selon le tableau IV.7 le facteur gouvernant la masse volumique du ciment est le rapport E/C, ce qui exprime que la diminution du rapport E/C augmente la masse volumique de la pate du ciment, les mêmes résultats signalés avec (Chuta & Jeong, 2017), ils sont constatés que La masse volumique diminue quand le rapport E/C augmente.

Tableau .IV.7 : Les valeurs des coefficients du modèle mathématique du la masse volumique

Coefficient	Valeur
constant	238.39
A:C	-2.82
B:E/C	-4.08
C:T	-3.60
AA : C*E/C	1.55
AB : C*T	2.57
AC : E/C*T	-0.1600
BB:C ²	-2.98
BC:E/C ²	-0.5996
CC:T ²	-1.80

La figure IV.1 montre les relations entre les valeurs prédites et expérimentales (prédites vs réelles), qui sont très proches d'une ligne droite. Les résultats expérimentaux sont en bon accord avec les prévisions.

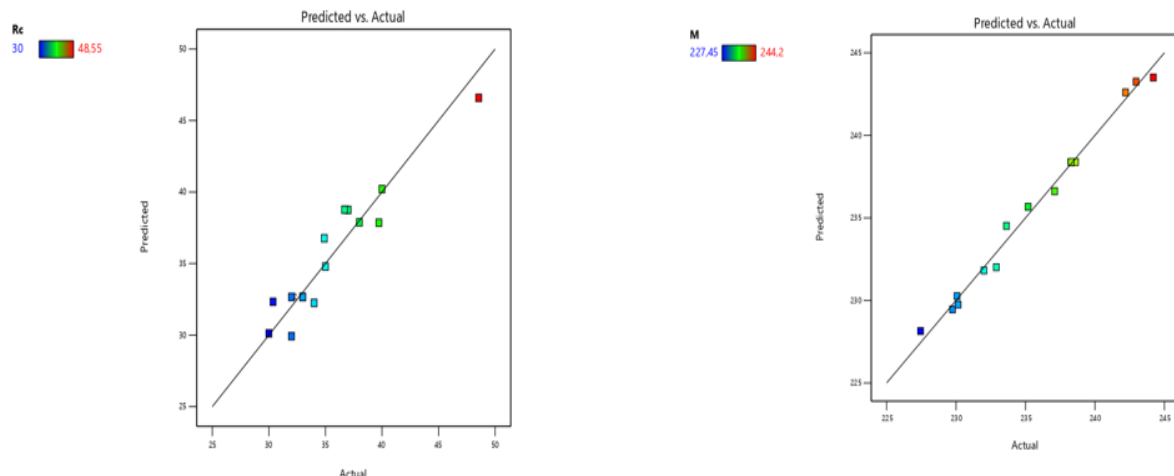


Figure IV.1: Différentes relations entre les valeurs prévues et réelles (résistance - masse volumique).

La figure IV.2 représente la distribution normale des résidus, nous voyons que les résidus sont raisonnablement alignés le long d'une ligne droite, ce qui indique une distribution normale des erreurs et une absence de déviation de la variance pour toutes les réponses.

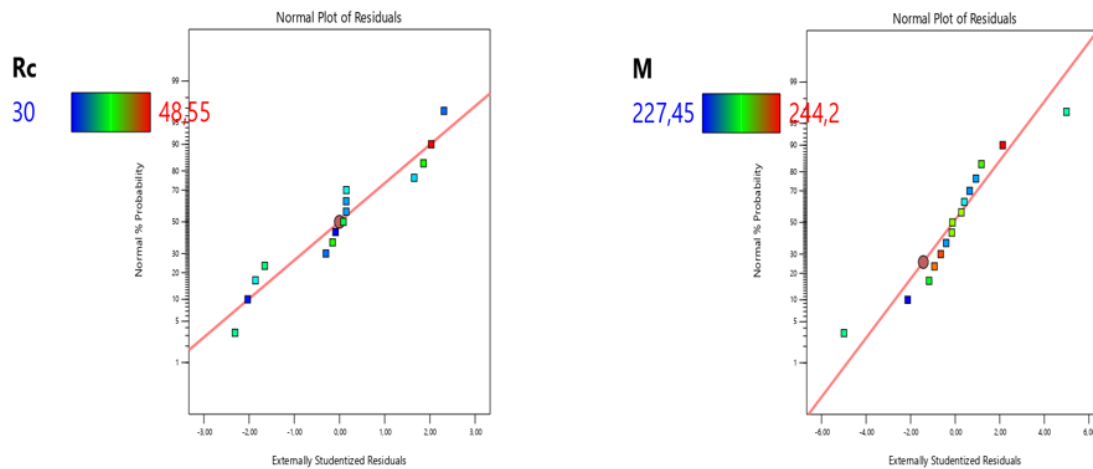


Figure IV.2: Différents diagrammes de probabilité normale des résidus

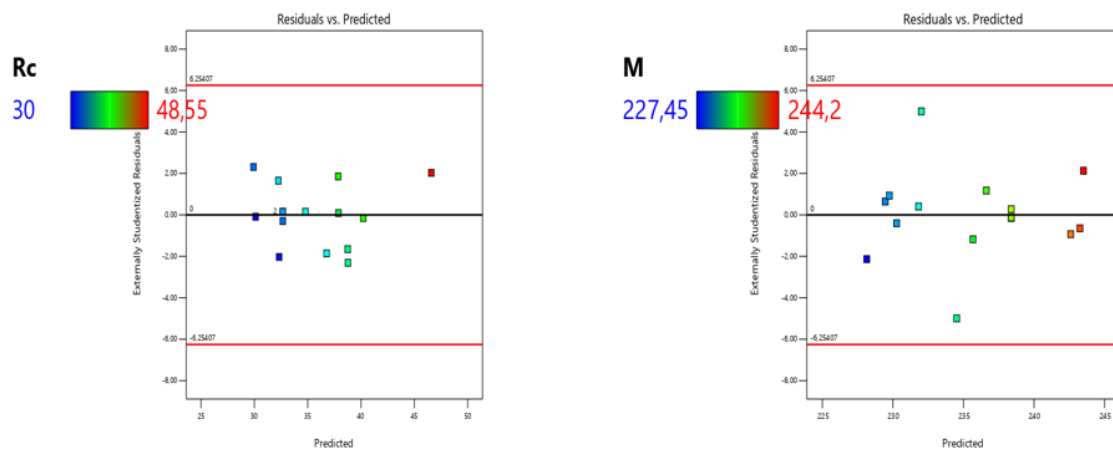


Figure IV.3: Différents tracés des résidus par rapport à la réponse prévue

La figure IV.3 montre le schéma des résidus par rapport aux valeurs prédites. Les points sont distribués de manière irrégulière, ce qui signifie que le modèle ne viole pas l'indépendance ou que la variance n'est pas constante pour chaque valeur de réponse.

IV. 4 : courbes d'iso réponses :

Les interactions entre les facteurs est présentée sous forme de courbes qui désignent les points optimaux en fonction du domaine de la variation du facteur.

Pour des valeurs élevées de la résistance il faut maintenir les cendres au niveau bas, de même le rapport E/C.

La température n'a pas d'effet considérable sur la résistance en compression.

Pour la masse volumique les valeurs max sont obtenus en gardant les cendres dans l'intervalle 5 à 15 % et le rapport E/C de 0.4 à 0.425 .

l'élavation de la température tend à diminuer la masse volumique du fait de l'évaporation de l'eau contenue dans la pate .

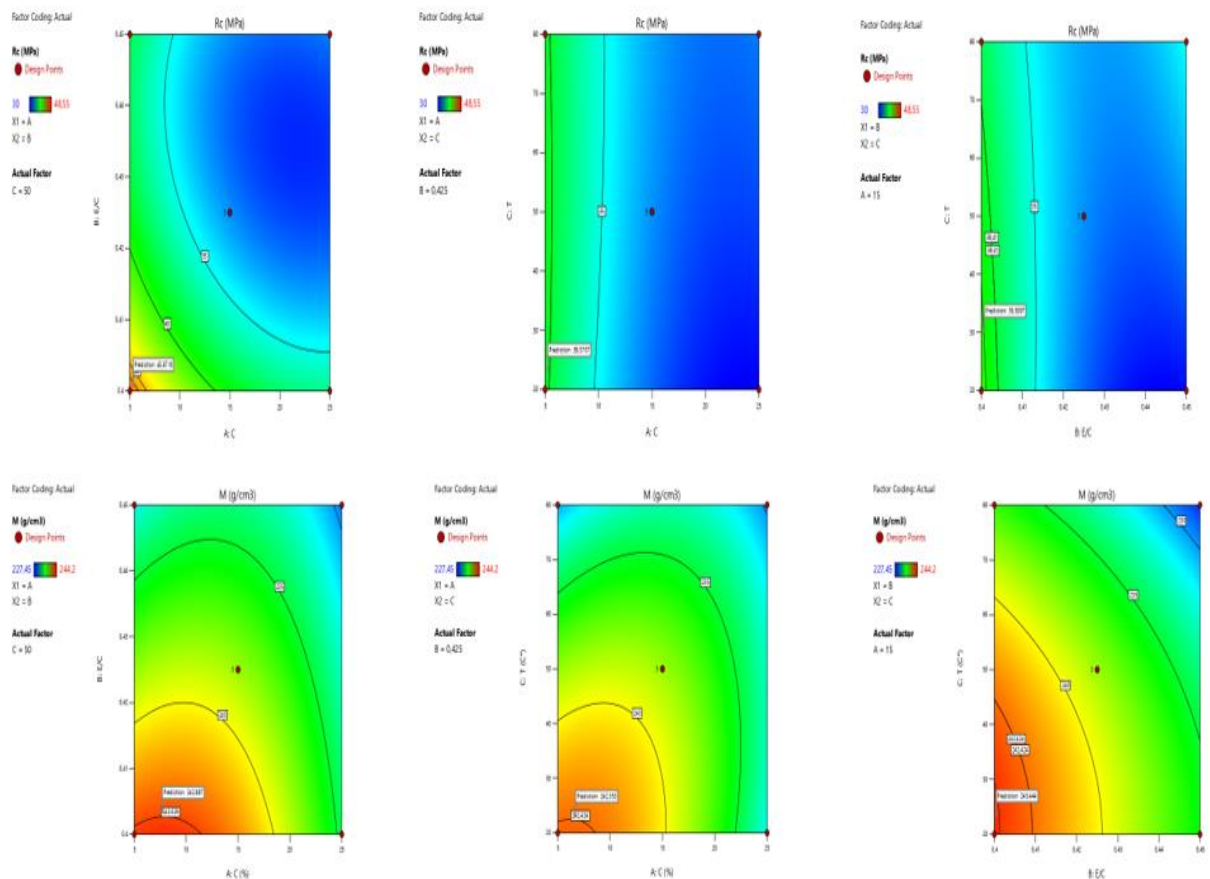


Figure IV.4 : Courbes de niveau 2D pour la résistance à la compression et la masse volumique en fonction de C, E/C et T .

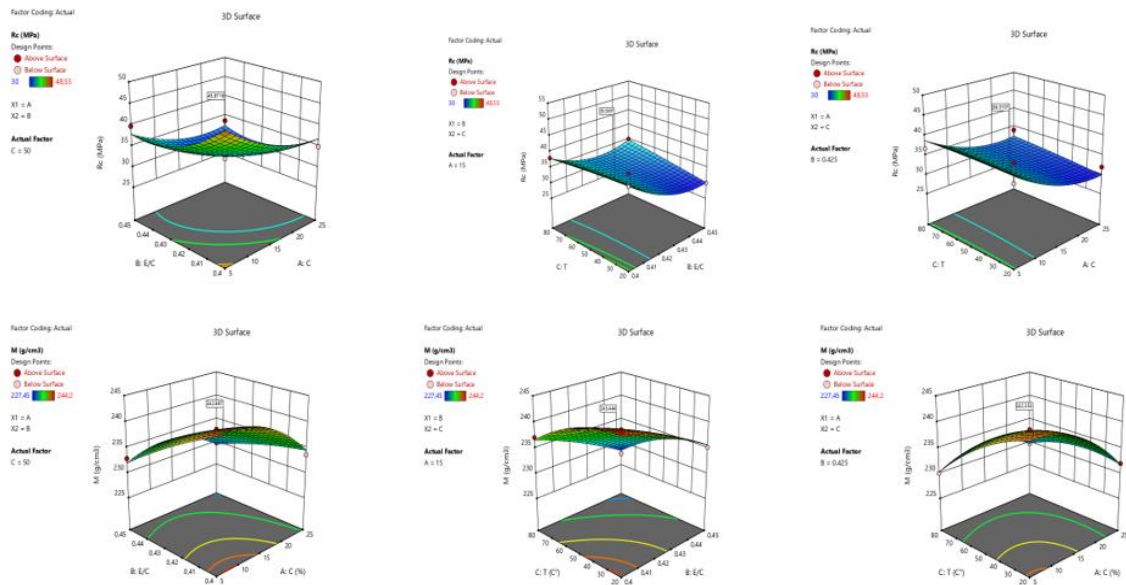


Figure IV.5 : Graphiques de réponse 3D modèles BOX BENKHEN, pour la résistance à la compression et la masse volumique en fonction de C , E/C et T .

Les figures IV.4 et IV.5 montrent la représentation bidimensionnelle de la surface de réponse et les graphiques tridimensionnels. Ils mettent en évidence l'interaction entre trois facteurs : le pourcentage de C , le rapport E/C et le degré de T . Ces graphiques analysent deux paramètres, la résistance à la compression et la masse volumique. Les résultats montrent que la diminution du pourcentage de la cendre volante C , le rapport E/C et le degré de température T augmentent la résistance à la compression et la masse volumique de la pâte du ciment.

Tableau IV.8: Les 5 Solutions trouvés

Number	C	E/C	T	Rc	M	Desirability	
1	5,000	0,400	20,000	48,142	247,463	0,978	Selected
2	5,000	0,400	20,362	48,125	247,433	0,977	
3	5,000	0,400	20,457	48,121	247,426	0,977	
4	5,000	0,400	20,967	48,095	247,382	0,975	
5	5,000	0,400	21,356	48,080	247,350	0,975	

Factor Coding: Actual

All Responses

● Design Points

0,000 1,000

X1 = A

X2 = B

Actual Factor

C = 20,0006

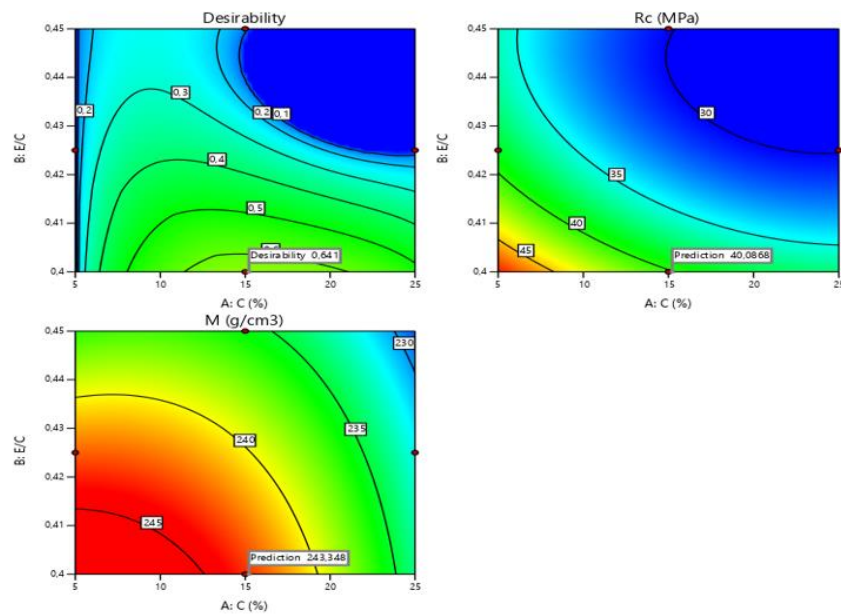


Figure IV.6: Rampes de désirabilité pour les valeurs optimales de Rc et M de la pâte du ciment.

Après avoir étudié l'effet des paramètres expérimentaux sur la résistance à la compression et la masse volumique de la pâte du ciment incorporant des cendres volantes (déchets de palmiers dattiers). La section désirabilité du logiciel Design Expert a été utilisée pour optimiser les modèles. Cette fonction fournit des informations sur les paramètres optimaux d'entrée et de sortie (réponses ciblées) simultanément en fonction des paramètres d'entrée (Figure 4.6). Les valeurs de réponse maximales obtenues à partir de l'analyse réalisée par Design Expert V13.0.5.0 sont respectivement de **48,142 MPA** et **247,463 g/ cm³**. Les valeurs associées pour les contenus C, E/C et T sont respectivement de 5 %, 0,4 et 20 C°, comme le montre le tableau 4.4.

VI.4 Formulation du mortier:

L'optimisation par le plan Box-Behnken à conduit aune formulation optimale :

Une teneur de cendres de 5 %, un rapport E/C de 0.4 et une cure pendant 28jours à une température de 20°C.

Pour l'étude du mortier en a tenu en compte des conditions optimales , mais on a pris le rapport E/C = 0.5 et on a opté à un durcissement rapide à une température de 80°C (pendant 2 jours).

Les mélanges sont réalisés sont comme suit:

Mélange 1 (témoin) : formulation sans cendre (0 %), avec un rapport E/ C = 0.5 sans adjuvants.

Mélange 2 : formulation avec 5 % de cendre de palmier, rapport E/C = 0.5, sans adjuvants.

Pour étudier l'effet de la teneur élevée 25 % de cendre sur les propriétés du mortier on a confectionné le mélange suivant :

Mélange 3 : formulation avec 25 % de cendre de palmier, rapport E/C = 0.6, sans adjuvants.

Les propriétés suivantes ont été évaluées :

- maniabilité
- Résistance à la flexion par traction
- Résistance à la compression
- Absorption d'eau par immersion

Ces essais visent à analyser les effets de la cure thermique accélérée combinée à la substitution partielle du ciment par la cendre, et à l'utilisation d'adjuvants, sur les performances mécaniques et l'absorption du mortier.

VI.4.1 Etalement:

L'étalement est un paramètre très important pour évaluer la maniabilité du mortier, pour chaque formulation nous avons mesuré l'étalement (Cm). Les résultats sont résumés dans la figure suivante :

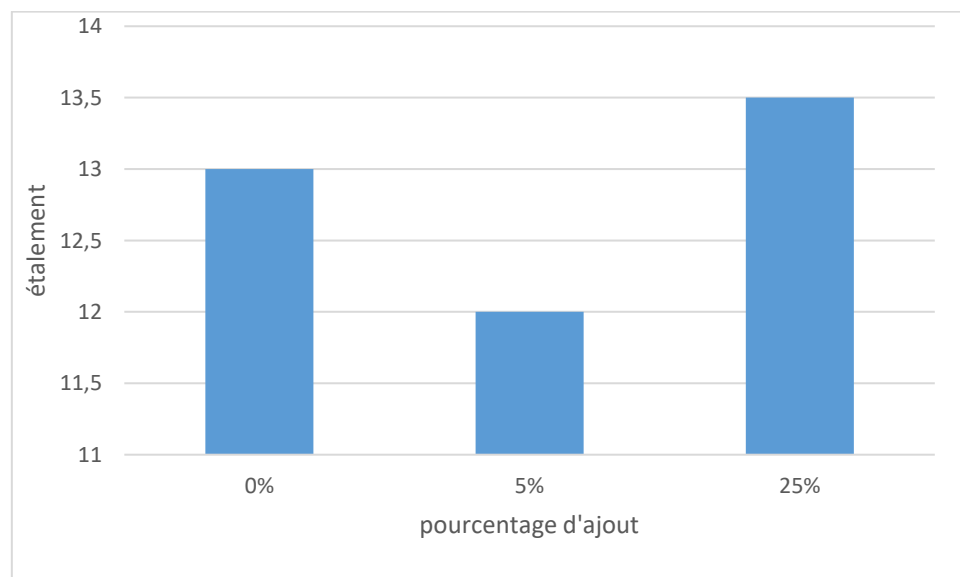


Figure IV.7: Variation d'étalement en (Cm) en fonction du pourcentage d'ajout

L'addition de la cendre du palmier dattier diminue considérablement l'étalement en particulier pour les teneurs élevées, pour une teneur de 5 % il atteint 12 cm, on peut expliquer cette

diminution par : la masse volumique de la cendre inférieure à celle du ciment (2g/cm^3), donc le volume de la cendre dans la pâte augmente en demandant une quantité supplémentaire de l'eau de gâchage. Les particules de la cendre du palmier ont souvent une forme irrégulière et anguleuse, avec une texture poreuse. Ces caractéristiques peuvent aussi influencer la demande en eau du mélange. (Juenger et al., 2011)

Pour une teneur de 25 % l'ajout de l'eau est nécessaire, avec un rapport E/C de 0.6 la maniabilité est largement améliorée (comparable à celle du mortier témoin).

VI.4.2 La résistance à la flexion par traction :

La résistance à la flexion par traction est une caractéristique mécanique indiquant la résistance du matériau, Les résultats sont résumés sur la figure suivante :

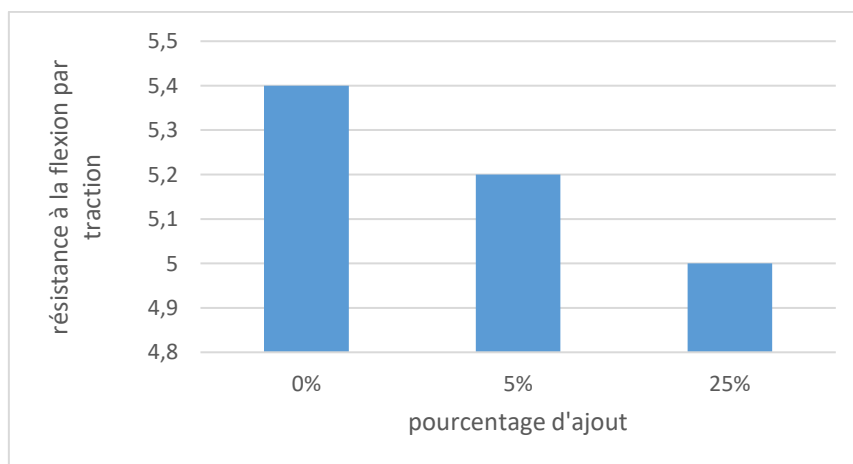


Figure IV.8 : La résistance à la traction par flexion en fonction du pourcentage d'ajout

La résistance en traction du mortier contenant les cendres est légèrement inférieure à celle du témoin, elle diminue en fonction de la teneur en cendres, généralement la forme irrégulière et anguleuse, avec la texture poreuse des cendres améliorent l'ancrage mécanique dans la pâte de ciment.

VI.4.3 La résistance à la compression :

La résistance à la compression est une caractéristique mécanique indiquant la résistance du matériau, Les résultats sont résumés sur la figure suivante :

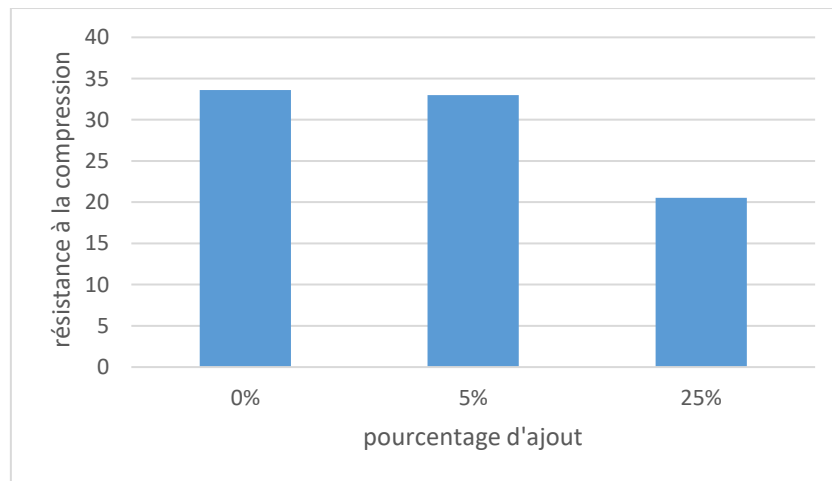


Figure IV.9 : La résistance à la compression en fonction du pourcentage d'ajout

L'ajout de 5% de la cendre au ciment contribue à l'amélioration de la résistance mécanique en compression du mortier.

L'ajout des cendres de palmier dattier dans une matrice cimentaire modifie profondément le déroulement de l'hydratation, tant sur le plan cinétique que sur la nature des produits formés. Ces changements influencent la microstructure finale et, par conséquent, les propriétés mécaniques du matériau.

La réaction pouzzolanique secondaire entre les cendres et la portlandite Ca(OH)_2 forme des gels C-S-H supplémentaires, mais avec des caractéristiques légèrement différentes :

- Ils remplissent les pores capillaires, affinant la microstructure de la pâte de ciment.
- Cette formation continue de gels se prolonge sur une période plus longue (jusqu'à 90 jours ou plus), améliorant progressivement la résistance mécanique et la compacité.

(Li et al., 2011)

Pour des teneurs élevées de 25 % la résistance en compression diminue pour atteindre 20MPa, ce qui est attribué au volume élevé des cendres, la quantité de la portlandite n'est pas suffisante pour fixer ce volume en CSH stables, d'autre part le rapport E/C de 0.6 contribue à la diminution de la résistance ; sous les conditions de l'étuvage (80°C) un départ rapide de l'eau crée une porosité dans le mortier.

Sachant que l'utilisation d'un super plastifiant de 1 % avec un rapport E/C de 0.5 a largement amélioré la résistance en compression qui est passée de 20MPa à 25 MPA.

VI.4.5 Absorption d'eau par immersion :

Les résultats de l'absorption du mortier sont résumés sur la figure suivante

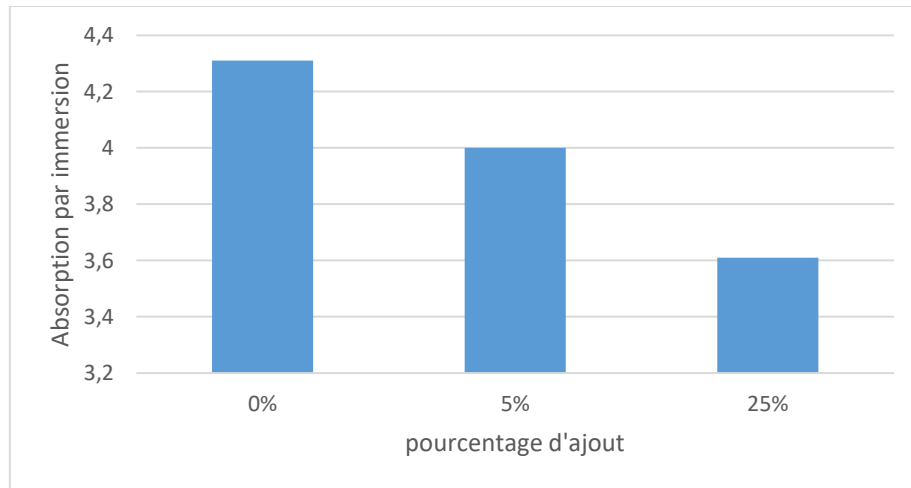


Figure IV.10 : Absorption par immersion en fonction du pourcentage d'ajout

D'après la figure Figure IV.10 l'absorption des mortiers contenant les cendres du palmier dattier a marqué une diminution en fonction du pourcentage de l'addition, ceci peut s'expliquer par :

- L'effet de remplissage (filler effect) : les particules fines de cendres combler les vides entre les grains de ciment, réduisant la taille et la connectivité des pores capillaires.

VI.5 : conclusion

L'utilisation d'un plan de surface a permis de faire une optimisation des paramètres de composition (% des cendres, rapport E/C) et un paramètre de cure d'une pâte de ciment pour atteindre une résistance maximale.

Le logiciel design expert a permis d'aboutir à la solution la plus performante (5% cendre, E/C = 0,40 et une cure de 20°C).

L'étude du mortier a indiqué que l'ajout de la cendre de 5% au ciment affecte la maniabilité du mortier, améliore la résistance en compression et l'absorption du mortier.

Concluions générale

CONCLUSION GENERALE

Dans le contexte actuel où la gestion des déchets organiques devient un enjeu environnemental et économique majeur, l'intérêt pour la valorisation des sous-produits agricoles dans les matériaux de construction ne cesse de croître. Parmi ces déchets, les palmes de palmier dattier, largement disponibles, représentent une ressource renouvelable et prometteuse.

Dans notre travail, nous nous sommes focalisés sur l'utilisation de la cendre des déchets des palmiers dattier comme ajout pouzzolanique dans la formulation d'une pâte de ciment et par suite dans la formulation du mortier cimentaire. Pour optimiser et comprendre l'influence de cette cendre sur les propriétés de la pâte, une démarche expérimentale basée sur le plan Box-Behnken a été mise en œuvre, en étudiant l'effet de trois facteurs : le pourcentage de cendre, le rapport E/C et la température de cure.

Les résultats expérimentaux ont permis de dégager les conclusions suivantes :

- L'ajout de cendre améliore la compacité et réduit l'absorption d'eau jusqu'à un seuil optimal ($\approx 15\%$), au-delà duquel une perte de performance est observée.
- La résistance à la compression et à la flexion est influencée par le dosage en cendre, et le rapport E/C, montrant un comportement pouzzolanique actif dans les premières semaines.
- L'interaction entre les facteurs étudiés révèle des relations non linéaires, confirmées par les résultats de modélisation statistique.

L'analyse via le logiciel désigne expert a permis de mettre en évidence que :

- * Le pourcentage de cendre est le facteur le plus significatif sur la résistance en compression.
- * La température agit fortement sur la résistance mécanique à 28 jours et sur la masse volumique de la pâte.
- * Le rapport E/C influe principalement sur la résistance.

L'étude du mortier a montré une amélioration de la résistance en compression et de l'absorption par l'ajout de 5% de la cendre en comparaison avec le mortier témoin.

Au-delà de 15 % de la cendre l'utilisation d'un super plastifiant est obligatoire pour corriger la perte de fluidité du mortier et par suite la résistance mécanique.

CONCLUSION GENERALE

Ce travail met en lumière le potentiel technique et écologique de la cendre des déchets des palmiers dattier comme matériau cimentaire alternatif. Les résultats obtenus peuvent servir de base à des applications futures dans la fabrication de matériaux durables, légers, et adaptés aux climats chauds. Toutefois, des recherches complémentaires restent nécessaires pour explorer la durabilité à long terme et le comportement en conditions réelles.

Liste de référence

Liste des références

- Akon, N. J.-F. R., Kouadio, K. C., Traore, B., Kouakou, C. H., & Emeruwa, E. (2024). Évaluation du potentiel pouzzolanique de la cendre de déchet de palmiste pour son utilisation comme ajout cimentaire. *Matériaux & Techniques*, 112(1), 106.
- Al-Kutti, W., Nasir, M., Megat Johari, M. A., Islam, A. B. M. S., Manda, A. A., & Blaisi, N. I. (2018). An overview and experimental study on hybrid binders containing date palm ash, fly ash, OPC and activator composites. *Construction and Building Materials*, 159, 567–577. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.017>
- Alani, A. H., Johari, M. A. M., Bunnori, N. M., & Majid, T. A. (2024). Application of response surface methodology for optimizing the compressive strength of green ultra high strength concrete using silica fume. *Journal of Building Pathology and Rehabilitation*, 9(1), 5.
- Astm. (2010). Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use. *Annual Book of ASTM Standards, C*, 3–6. <https://doi.org/10.1520/C0618-22.2>
- Bentz, D. P. (2007). Internal curing of high-performance blended cement mortars. *Materials Journal*, 104(4), 408–414.
- Box, G. E. P., Hunter, W. H., & Hunter, S. (1978). *Statistics for experimenters* (Vol. 664). John Wiley and sons New York.
- Bresson, A. (2006). *Influence de la minéralogie sur le comportement des mortiers de ciment au jeune âge*. Université Laval.
- Chuta, E., & Jeong, J. (2017). Influence des paramètres de formulation des pâtes ciments sur les aspects de parements. *CFM 2017-23ème Congrès Français de Mécanique*.
- Deo, S. V. (2015). Mix design approach for high 28 days' strength, high-volume, low-lime fly ash concrete. *Road Materials and Pavement Design*, 16(3), 707–715.
- Duxson, P., Provis, J. L., Lukey, G. C., & Van Deventer, J. S. J. (2007). The role of inorganic polymer technology in the development of 'green concrete.' *Cement and Concrete Research*, 37(12), 1590–1597.
- Elinwa, A. U., & Mahmood, Y. A. (2002). Ash from timber waste as cement replacement material. *Cement and Concrete Composites*, 24(2), 219–222.
- Escalante-Garcia, J.-I., & Sharp, J. H. (2004). The chemical composition and microstructure of hydration products in blended cements. *Cement and Concrete*

- Composites*, 26(8), 967–976.
- Fapohunda, C., Kilani, A., Adigo, B., Ajayi, L., Famodimu, B., Oladipupo, O., & Jeje, A. (2021). A review of some agricultural wastes in Nigeria for sustainability in the production of structural concrete. *Nigerian Journal of Technological Development*, 18(2), 76–87.
 - Fisher, R. A. (1935). *The Design of Experiments*. Oliver and Boyd, Edinburg and London, UK.
 - Habert, G., De Lacaillerie, J. B. D., & Roussel, N. (2011). An environmental evaluation of geopolymer based concrete production: reviewing current research trends. *Journal of Cleaner Production*, 19(11), 1229–1238.
 - Hewlett, P., & Liska, M. (2019). *Lea's chemistry of cement and concrete*. Butterworth-Heinemann.
 - Hossain, K. M. A. (2003). Blended cement using volcanic ash and pumice. *Cement and Concrete Research*, 33(10), 1601–1605.
 - Hossain, K. M. A., & Mol, L. (2011). Some engineering properties of stabilized clayey soils incorporating natural pozzolans and industrial wastes. *Construction and Building Materials*, 25(8), 3495–3501.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.03.042>
 - Jennings, H. M. (2008). A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste. *Cement and Concrete Research*, 30(1), 101–116.
 - Juenger, M. C. G., Winnefeld, F., Provis, J. L., & Ideker, J. H. (2011). Advances in alternative cementitious binders. *Cement and Concrete Research*, 41(12), 1232–1243.
 - Kimouche, K., & Gheribi, Z. (2008). *Etude de quelques plans d'expériences associées aux surfaces de réponse*. Université Frères Mentouri-Constantine 1.
 - Li, Z., Zhou, X., Ma, H., & Hou, D. (2011). *Advanced concrete technology*. John Wiley & Sons.
 - Lothenbach, B., Le Saout, G., Haha, M. Ben, Figi, R., & Wieland, E. (2012). Hydration of a low-alkali CEM III/B–SiO₂ cement (LAC). *Cement and Concrete Research*, 42(2), 410–423.
 - Massazza, F. (1998). Pozzolana and pozzolanic cements. In *Lea's chemistry of cement and concrete* (pp. 471–635). Elsevier.
 - Mehta, P. K., & Monteiro, P. (2014). *Concrete: microstructure, properties, and materials*. (No Title).

LISTE DES REFERENCES

- Mindess, S., Young, J. F., & Darwin, D. (2003). *Concrete (2^e éd.)*. Prentice Hall. Crc Press.
- Montgomery, D. C. (2017). *Design and analysis of experiments*. John wiley & sons.
- Myers, R. H., Montgomery, D. C., & Anderson-Cook, C. M. (2016). *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments*. John Wiley & Sons.
- Neville, A. M. (2011). *Properties of concrete*. Pearson Education India.
- Odler, I. (2003). *Special inorganic cements*. CRC Press.
- Papadakis, V. G., Antiohos, S., & Tsimas, S. (2002). Supplementary cementing materials in concrete: Part II: A fundamental estimation of the efficiency factor. *Cement and Concrete Research*, 32(10), 1533–1538.
- Raghav, M., Park, T., Yang, H.-M., Lee, S.-Y., Karthick, S., & Lee, H.-S. (2021). Review of the effects of supplementary cementitious materials and chemical additives on the physical, mechanical and durability properties of hydraulic concrete. *Materials*, 14(23), 7270.
- Rajamma, R., Ball, R. J., Tarelho, L. A. C., Allen, G. C., Labrincha, J. A., & Ferreira, V. M. (2009). Characterisation and use of biomass fly ash in cement-based materials. *Journal of Hazardous Materials*, 172(2–3), 1049–1060.
- Rashad, A. M. (2013). A comprehensive overview about the influence of different additives on the properties of alkali-activated slag—A guide for Civil Engineer. *Construction and Building Materials*, 47, 29–55.
- Sabir, B. B., Wild, S., & Bai, J. (2001). Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review. *Cement and Concrete Composites*, 23(6), 441–454.
- Scrivener, K. L., John, V. M., & Gartner, E. M. (2018). Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO₂ cement-based materials industry. *Cement and Concrete Research*, 114, 2–26.
- Siddique, R. (2007). *Waste materials and by-products in concrete*. Springer Science & Business Media.
- Tangchirapat, W., & Jaturapitakkul, C. (2010). Strength, drying shrinkage, and water permeability of concrete incorporating ground palm oil fuel ash. *Cement and Concrete Composites*, 32(10), 767–774.
- Taylor, H. F. W. (1997). Cement chemistry. 2nd ed. *Academic Press*, 20(4), 335.
- Thiery, M., Baroghel-Bouny, V., Bourneton, N., Villain, G., & Stéfani, C. (2007).

LISTE DES REFERENCES

Modélisation du séchage des bétons: analyse des différents modes de transfert hydrique. *Revue Européenne de Génie Civil*, 11(5), 541–577.

- Touati, H. (2019). Adsorption de trichlorophénol par une dolomie modifiée [Mémoire de Master]. *Université de Mostaganem, Faculté Des Sciences et de La Technologie*.
- Udoeyo, F. F., & Dashibil, P. U. (2002). Sawdust ash as concrete material. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 14(2), 173–176.
- Wassila, M. (2014). *Approche méthodologique à la modélisation par les plans d'expériences pour l'élaboration d'un yaourt*.