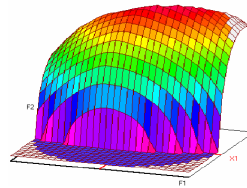




Année Universitaire : 2013-2014



Master Sciences et Techniques CAC Agiq
**Chimométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion industrielle
de la qualité**

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

**Etude granulométrique des tranches du
clinker**

Présenté par:

Mlle Jihane BABAYA

Encadré par:

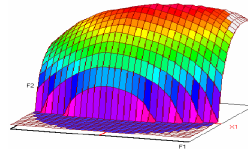
- Mr Abdelaziz AYADI (Holcim Fès)
- Pr. Mme Amal HAUDI (FST Fès)

Soutenu Le 16 Juin 2014 devant le jury composé de:

- Pr. Mme Amal HAUDI
- Pr. Mr Mohammed EL ASRI
- Pr. Mr El Houssine ALILOU

Stage effectué à : HOLCIM Fès





Master ST CAC Agiq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom: Babaya Jihane

Année Universitaire : 2013/2014

Titre: Etude granulométrique des tranches du clinker

Résumé

Le ciment est un matériau artificiel issu de la combinaison de plusieurs matières premières qui constituent «le cru» (Calcaire ; Argile ; Schiste et minerais de fer). Après être broyé, le cru est par la suite cuit dans un four rotatif de température maximale de 1450°C pour former le « Clinker ». La granulométrie du clinker est effectuée après sa cuisson. Les grains issus de la clinkérisation sont répartis en trois parties contenant quatre tranches. Notre étude avait pour objectif d'opérer une analyse granulométrique et chimique du clinker en vue de chercher la tranche optimale au quel doit se référer le laboratoire afin de minimiser le temps et diminuer la marge d'erreur.

Par spectrométrie de fluorescence-X, nous avons étudié la composition chimique des différents éléments (SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A , $CaO(L)$) et nous avons constaté que cette composition varie d'une tranche à l'autre, par contre la teneur en fluorine ne varie pas avec le facteur taille. D'après la courbe basée sur les résultats journaliers, il s'est avéré que la tranche [5-15] est la partie dominante (le plus gros pourcentage).

Le traitement statistique effectué nous a permis de conclure, une conformité entre la moyenne des résultats obtenus pour la tranche [5-15] et celle de référence définie par le laboratoire. La tranche [5-15] est donc l'échantillon le plus représentatif que nous pouvons utiliser pour les analyses journalières du clinker.

Mots clés: Le ciment, le clinker, la granulométrie, spectrométrie de fluorescence-X, le traitement statistique.



Dédicace

Je dédie cet effort à :

✧ A mes très chers parents

En reconnaissance de tant de sacrifices consentis pour moi. En témoignage de tant de soins et d'amour déployés pour mon éducation, mon instruction et mon bien-être.

✧ A mes très chers frères Adil, Fahd et ma sœur Manal

Votre soutien moral émerveillé par votre grande affection m'est d'un précieux atout dont je ne peux me passer.

✧ A mescher(e)s ami(e)s

En témoignage de ma reconnaissance pour vos conseils, soutiens permanent ainsi que pour votre assistance. Je vous saurais gré de votre gentillesse et bienveillance.

** Avec ma grande considération **



Remerciements

Mes remerciements vont également à **Mr. Abdelaziz Ayadi** Responsable du Laboratoire de HOLCIM Fès, pour son accueil chaleureux, ses conseils judicieux et son support permanent pour effectuer mon stage dans une prestigieuse unité industrielle.

Je remercie également tout le personnel de HOLCIM en particulier **Mr. Mohammed Abouabdelkader, Mr. Driss Boumaiz et Mr. Jallal El Attar** pour leur bonne humeur et aide continu.

Je tiens à exprimer ma gratitude à **Mr. El Mestafa El Hadrami** responsable de notre Master Sciences et Techniques, filière Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion industrielle de la qualité, à la FST de Fès, pour leur enseignement enrichissant et laborieux, et d'avoir mis à ma disposition tous les moyens nécessaires au bon déroulement de ma formation.

Professeur **Mme Amal Haoudi** à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès d'avoir consacré du temps à l'encadrement et à l'enrichissement de ce travail ainsi pour son aide, ses conseils pertinents, sa confiance et ses remarquables qualités humaines et professionnelles.

Je remercie également le professeur **Mr. Mohammed El Asri** ainsi que le professeur **Mr. El Houssine Aliloud** d'avoir accepté de juger ce travail et qui me font l'honneur d'être membre du jury.



Sommaire

Introduction Générale	1
Organisation du travail.....	2
Chapitre I : Présentation de la société HOLCIM	3
I- Présentation générale de la société HOLCIM	4
1-	H
historique de HOLCIM-Maroc	4
2-	L
la cimenterie de HOLCIMFès (Ras El Ma)	5
3-	L
les principales activités de HOLCIM (Ras El Ma)	5
4-	O
organigramme de la cimenterie HOLCIM (Ras El Ma)	6
Chapitre II : Le procédé de fabrication et le contrôle qualité du ciment	7
I- Qu'est-ce-que le ciment ?	8
II-Le procédé de fabrication du ciment	8
1-	L
les différentes voies de fabrication du ciment	8
2-	L
le procédé de fabrication par voie sèche (cas de HOLCIM Ras El Ma)	9
a-	L
les matières premières utilisées	9
b-	E
l'extraction et concassage.....	10
c-	P
le procédé d'homogénéisation.....	11
d-	B
le broyage du cru.....	11



e-	H
omogénéisation.....	13
f-	C
uisson	13
g-	R
efroidissement	14
h-	B
royage du ciment	14
i-	S
tockage et expédition.....	15
III-Le contrôle qualité du ciment.....	16
1-	L
es essais chimiques	16
a-	A
analyse par spectrométrie de fluorescence-X	16
b-	D
étermination de la teneur en fluorine CaF_2	17
2-	L
es essais physiques et mécaniques.....	19
a-	L
a prise du ciment	19
b-	R
ésistance à la flexion et à la compression.....	20
Chapitre III : L'étude granulométrique du clinker	21
I-Généralités sur le clinker	22
II-Critères chimiques et minéralogiques du clinker	22
1-	C
ompositions chimiques du clinker	22
2-	P
erformances du ciment et éléments mineurs du clinker	23



a-	L
a chaux libre	23
b-	L
es éléments mineurs	23
3-	L
es minéralisateurs et les fondants	24
III-Etude granulométrique du clinker	24
1-	C
lassification des particules par tranches granulométriques	25
2-	D
étermination de la composition chimique	26
3-	T
raitement statistique des résultats d'analyse	27
a-	L
a normalité	27
b-	A
analyse de la variance à un seul facteur	27
c-	T
est de comparaison entre deux variances (test de Fisher)	28
d-	T
est de conformité d'une moyenne (test de Student)	29
4-	E
valuation des résultats d'analyse du clinker	29
a-	V
érification de la normalité des données (test de Shapiro Wilk)	29
b-	E
valuation de l'influence du facteur taille (ANOVA-1)	40
c-	T
est de Fisher	43
d-	E
tude des tranches granulométriques de chaque tranche du clinker	44



e-	C
comparaison de la moyenne des résultats d'analyse du clinker avec celle définie par le laboratoire (test de Student)	45
5-	C
conclusion	47
Conclusion Générale	48



Introduction Générale

La consommation du ciment au Maroc connaît une forte croissance au cours des dernières années, due essentiellement à la politique de développement du logement social, des infrastructures de base et à la reprise des grands investissements touristiques et industriels. Et pour répondre à cette demande qui est en augmentation continue, il est indispensable de maîtriser le processus de fabrication du ciment, et d'adopter les nouvelles technologies dans ce domaine pour mieux se positionner dans un marché en perpétuelle concurrence.

La qualité du ciment dépend surtout de la composition chimique des matières premières qui entrent dans la production du clinker. L'étape de fabrication de ce produit intermédiaire représente la partie la plus coûteuse dans le procédé entier de fabrication. Sur ces liens entre la qualité du ciment, la quantité du clinker et le coût de fabrication, le clinker doit subir un contrôle strict et rigoureux. Après la cuisson à une température de 1450°C du cru, le clinker obtenu subit un refroidissement brusque qui provoque une texture et une granulométrie différente. Les grains issus de clinkérisation sont répartis en trois parties contenant quatre tranches.

La collaboration du laboratoire avec les services de production doit être assurée car la qualité du clinker dépend de la chimie et de la cuisson de la farine, et grâce à la grande quantité produite du clinker, il est donc intéressant pour une cimenterie d'instaurer un contrôle journalier de la production du four. Et par conséquent, Holcim-Maroc est obligé de faire des analyses, dans les mêmes conditions et toutes les deux heures, sur la tranche qui représente la majorité du clinker au lieu d'analyser l'ensemble.

Notre étude a donc pour objectif d'opérer une analyse granulométrique et chimique du clinker en vue de chercher la meilleure taille des grains «tranche optimale» du clinker au quel doit se référer le laboratoire afin de minimiser le temps et diminuer la marge d'erreur. La réalisation de ces objectifs constitue la base de notre étude qui est basée principalement sur : L'utilisation des outils statistiques pour traiter les différents résultats trouvés à partir d'analyse chimique par spectrométrie de fluorescence-X effectuée sur des échantillons du clinker prélevés à la sortie du four.



Organisation du travail

Nous avons répartice travail en 2 parties :

La 1ère Partie : est consacrée à un rappel bibliographique dans lequel nous allons traiter les ciments, leurs caractéristiques, les divers procédés de fabrication du ciment existants et en particulier le procédé de fabrication par voie sèche qui est le cas de la cimenterie HOLCIM Fès (Ras El Ma), ainsi le contrôle qualité au sein du laboratoire. Cette première partie contient deux chapitres :

Chapitre I : *Présentation de la société HOLCIM*

Chapitre II : *Procédé de fabrication du ciment et le contrôle de qualité au sein de HOLCIM Ras el Ma.*

La 2 ème Partie : traite la partie expérimentale qui fait d'abord un appel à des généralités sur le clinker et elle rapporte l'étude granulométrique des tranches du clinker avec les outils, les méthodes statistiques nécessaires pour traiter les différents résultats. Cette deuxième partie contient un seul chapitre :

Chapitre III : *Etude granulométrique des tranches du clinker.*

Chapitre I

Présentation de la société HOLCIM-Maroc

I. Présentation Générale de la société HOLCIM

HOLCIM est l'un des plus grands producteurs mondiaux du ciment. D'origine suisse, le groupe est fondé en 1912, aujourd'hui il est présent sur les 5 continents dans plus de 70 pays. Cette présence témoigne de la stratégie mondiale la plus diversifiée de l'industrie du ciment. Le groupe HOLCIM emploie près de 90 000 personnes et dispose d'une capacité de production de ciment proche de 200 millions de tonnes par an.

1. Historique de HOLCIM-Maroc

Le nom HOLCIM est simple et facile à retenir : « Hol » rappelle les origines du Groupe Holderbank (Village en Suisse), et « cim » symbolise l'activité du ciment. Ce changement intervient alors que le groupe HOLCIM, l'actionnaire majoritaire a décidé d'unifier, dans le cadre d'une nouvelle stratégie de communication le nom de toutes ses filiales à travers le monde.

- ✿ En 1972 : Les gouvernements marocains et algériens décident de construire une cimenterie à Oujda, sous le nom de la Cimenterie Maghrébine (CIMA), réparti à égalité entre l'Office



pour le Développement Industriel (ODI) et la SNMC, organismes représentant respectivement le Maroc et l'Algérie.

- ✿ 1976 : L'ODI crée une nouvelle société dénommée Cimenterie de l'Oriental (CIOR)
- ✿ 1979 : Mise en service de l'usine d'Oujda qui démarre avec une capacité de production de 1,2 millions de tonnes par an.
- ✿ 1980 : Installation à Fès d'un centre d'ensachage d'une capacité de 500 000 tonnes/an.
- ✿ 1982 : La création d'un centre d'ensachage à Casablanca.
- ✿ 1990 : CIOR lance la réalisation d'une unité de production de clinker à Ras El Ma.
- ✿ 2000 : La démarche ISO 9001 et ISO 14001 a été mise en place à l'usine de Fès (Ras El Ma) pour garantir la maîtrise et l'amélioration continue de la quantité des produits et services ainsi que le respect de l'environnement.
- ✿ 2001 : La mise en place de dispositif de traitement de combustibles de substitution et d'un laboratoire spécifique doté d'équipement à la pointe de la technologie.
- ✿ 2002 : CIOR change de nom et d'identité visuelle et devient HOLCIM Maroc.
- ✿ 2010 : Lancement du projet de doublement de la capacité de production du clinker de la cimenterie de Fès.
- ✿ 2012 : Doublement de la capacité de production du clinker de l'usine de Fès.

2.

La cimenterie de HOLCIM Ras El Ma



Figure 1 : HOLCIM Ras El Ma

L'usine, qui a été mise en service en 1990, utilise le procédé de fabrication à voie sèche intégrale. Située à 25 km au sud de Fès, Cette unité est construite selon les technologies les plus récentes dans



le domaine de l'industrie de ciment. Cette unité a enregistré d'excellentes performances depuis son récent démarrage notamment en matière de consommation calorifique et productivité. Le site est doté d'un système de management intégré (certification ISO 9001 et ISO 14001), en plus ils ont réalisés une extension de doublement de capacité en 2010 avec l'installation du nouveau broyeur. L'usine s'étend sur 230 hectares et produit actuellement trois types de ciment : le **CPJ35, 45 et 55**.

3. Les principales activités de HOLCIM (Ras El Ma)

Les activités principales de HOLCIM sont le ciment, le béton et les granulats. Le ciment est l'une des activités principales de HOLCIM (Ras El Ma). Elle produit 3 types de ciment suivant leur classe de résistance : CPJ 35, CPJ 45, CPJ 55, certifiés selon NM (Norme Marocaine des ciments).

■ CPJ 35 : (Ciment Portland avec Ajouts 35)

La classe de résistance du CPJ 35 est adaptée à la fabrication des mortiers et enduits pour la maçonnerie, ainsi que des bétons non armés peu sollicités et à résistances mécaniques peu élevées. Le CPJ 35 est utilisé dans le domaine routier pour la stabilisation des sols et des couches de chaussées.

■ CPJ 45 : (Ciment Portland avec Ajouts 45)

La classe de résistance du CPJ 45 lui confère l'aptitude à être utilisé pour les bétons armés fortement sollicités et à résistances mécaniques élevées. Les résistances élevées à jeune âge du CPJ 45 permettent d'obtenir un décoffrage rapide des éléments de structure et des produits préfabriqués.

■ CPJ 55 : (Ciment Portland avec Ajouts 55)

La classe de résistance du CPJ 55 est le ciment le plus résistant, ça lui confèrent l'aptitude à être utilisé pour des applications spécifiques telles que les bétons armés fortement sollicités, les bétons précontraints et les bétons à haute performance. Le CPJ 55 est adapté aux applications de la préfabrication nécessitant un décoffrage rapide et un durcissement accéléré.

Chapitre II

4. Organigramme de la cimenterie (Ras El Ma)

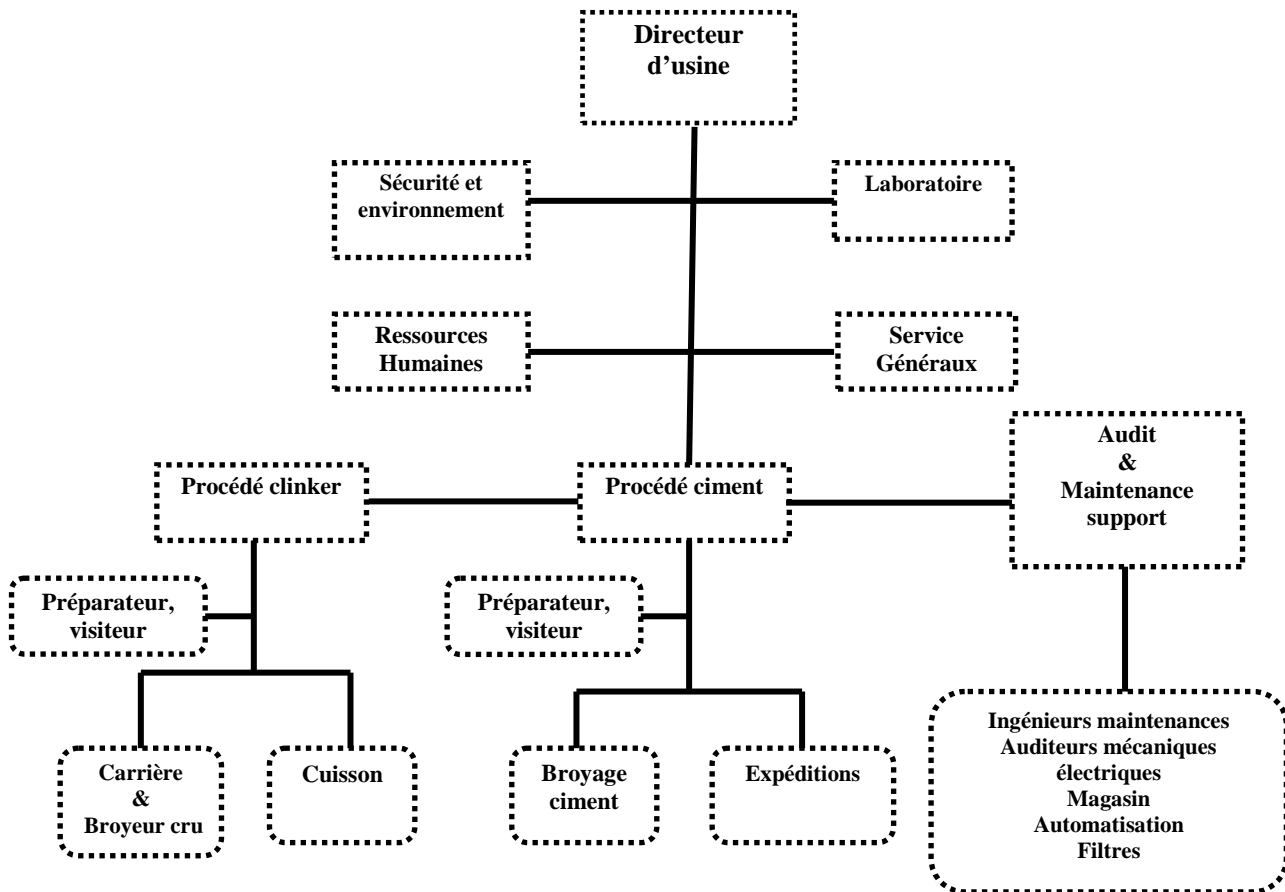


Figure 2 : Organigramme de la direction de HOLCIM(Ras El Ma)

Procédé de fabrication et contrôle qualité du Ciment



I. Qu'est-ce que le ciment?

Le ciment est un produit moulu issu du refroidissement du clinker qui contient un mélange de silicates et d'aluminates de calcium porté à 1450 – 1550 °C (température de fusion). Le ciment usuel est aussi appelé liant hydraulique, car il a la propriété de s'hydrater et de durcir en présence d'eau et parce que cette hydratation transforme la pâte liante, en un solide pratiquement insoluble dans l'eau. Ce durcissement est dû à l'hydratation de certains composés minéraux, notamment des silicates et des aluminates de calcium.

L'expression de «pâte de ciment durcissant» sera utilisée pour désigner la pâte de ciment dans la transformation d'un état plus ou moins fluide en un état solide. Le ciment permet d'agrèger du sable fin pour produire du mortier, des granulats et du béton.

II. Procédé de fabrication du ciment

1. Les différentes voies de fabrication du ciment

Il existe quatre procédés de fabrication du ciment qui diffèrent entre eux par la nature du produit qui alimente le four :

- ✿ **La voie humide** : La matière première, après son concassage, est délayée dans l'eau puis broyée en humide. La pâte obtenue est soigneusement dosée et homogénéisée pour alimenter ce procédé, c'est le plus ancien et presque totalement abandonné à cause de la grande consommation énergétique.
- ✿ **La voie semi-humide** : La pâte obtenue, de la même manière que dans le procédé de la voie humide, est débarrassée d'une grande partie de son eau par filtration avant son introduction dans le four.
- ✿ **La voie semi-sèche** : La matière première, après son concassage, est broyée à sec, homogénéisée puis granulée par ajout d'eau à l'entrée du four.
- ✿ **La voie sèche** : Après son concassage, la matière première est broyée à sec et homogénéisée, puis acheminée directement à l'entrée du four sous forme de farine. Ce procédé est le moins coûteux par sa faible consommation calorifique.

« Quasiment toutes les cimenteries utilisent le procédé à voie sèche qui est plus avantageux, moins coûteux et donc celui qui est utilisé à HOLCIM Ras El Maet sur lequel on va se baser pour décrire le procédé. »



2. Le procédé de fabrication par voie sèche (cas de HOLCIM Ras El Ma)

a- Les matières premières utilisées

Les matières premières utilisées à HOLCIM : Le calcaire, l'argile, le schiste, les minerais de fer, la fluorine et le gypse, seront décrites ci-dessous :

■ Calcaire

L'usine HOLCIM n'est pas aléatoirement installée à Ras El Ma mais c'est à cause de la richesse de cette région d'une roche sédimentaire qui est le calcaire ; c'est le constituant majeur du clinker, il représente 80%.

D'ailleurs la réaction chimique de base de la fabrication du ciment commence avec la décomposition du carbonate de calcium (CaCO_3) en chaux (oxyde de calcium, CaO) accompagnée d'un dégagement de gaz carbonique (CO_2).

■ Argile

L'argile est une roche sédimentaire, composée par une large part de minéraux spécifiques, Silicates en générales d'aluminium plus ou moins hydratés, qui présentent une structure feuilletée qui explique leur plasticité. Le gisement de l'argile se situe dans une région d'Azrou, Il intervient dans le ciment par sa composition riche en alumine et silicate.

■ Le schiste

Le schiste est une roche métamorphique d'origine sédimentaire (souvent une argile) qui sous l'action de la pression et de la température, a acquis un débit régulier en plans parallèles que l'on appelle plan de schistosité. Le gisement du schiste se situe dans la région de Séfrou à 45 Km de l'usine.

■ Minerai de fer

Le minerai de fer provient d'une carrière se trouvant à 17km d'Azrou. Il intervient pour compenser le manque de Fe_2O_3 .

■ Fluorine



La fluorine est une espèce minérale composée de fluorure de calcium, de formule idéale CaF_2 avec des traces : Ce, Si, Al, Fe, Mg, Eu, O, Cl, et des traces de composés organiques. Ces différents ions expliquent les multiples couleurs et zones colorées rencontrées pour ce minéral. Le gisement de la fluorine se situe dans la région de Midelte.

Le clinker et les ajouts (Calcaire et gypse) sont broyés pour former le produit final qui est le ciment.

■ Le gypse

Le gypse, minéral courant composé de sulfate de calcium hydraté ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), est un minéral sédimentaire très répandu, Il est ajouté au clinker et éventuellement avec d'autres constituants au moment du broyage pour produire les ions sulfates nécessaires pour réguler la prise du ciment et améliorer les performances finales.

b- Extraction et concassage

■ L'extraction

L'extraction consiste à extraire les matières premières vierges (comme le calcaire et l'argile), à partir de carrières naturelles à ciel ouvert. Ces matières premières sont extraites des parois rocheuses par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique. Les matières premières après extraction sont acheminées par des dumpers vers le concasseur.



Figure 3 : La carrière du calcaire HOLCIM Ras El Ma

■ Le concassage

L'atelier de concassage est situé à 50 m de la carrière calcaire. Il comprend un concasseur à marteau à doublerotor, qui convient pour le concassage de toutes matières friables ou demi-dures. La marche du concasseur est entièrement automatisée, lui conférant un fonctionnement optimum et très sécurisé.

Le concasseur de débit 1500t/h peut concasser des blocs de dimensions maximales 1.3mètre. La granulométrie des produits à la sortie du concasseur est à 99% inférieure à 100mm.

Le dépoussiérage de l'atelier de concassage, par un filtre à manches, permet la récupération des matières très fines pour les remettre dans le circuit.

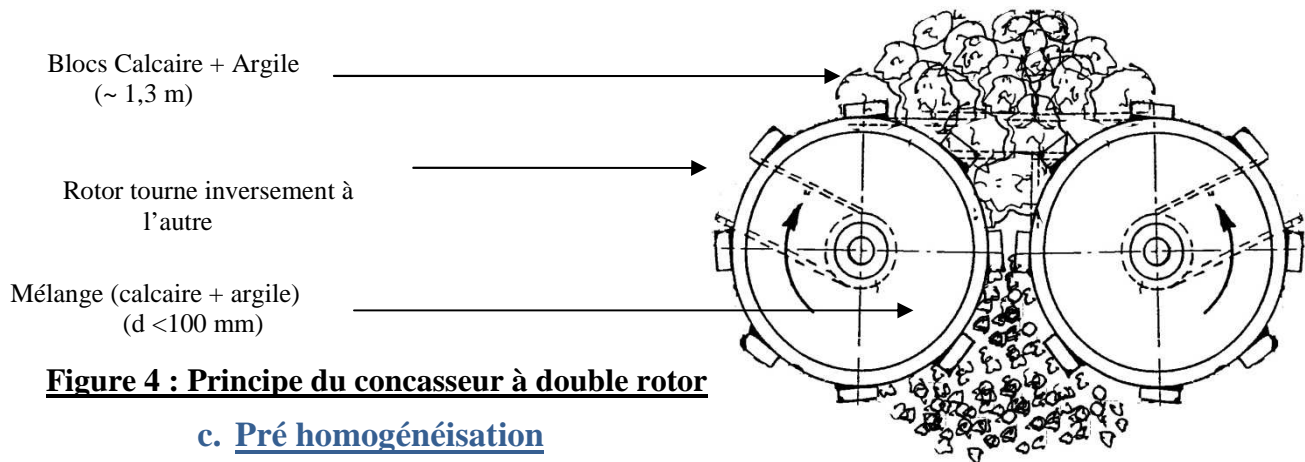


Figure 4 : Principe du concasseur à double rotor

c. Pré homogénéisation

Les blocs du calcaire et d'argile sont concassés en même temps pour donner un mélange qui est la matière principale de la fabrication du cru avec des proportions bien déterminés (78% calcaire et 22% d'argile), cette répartition est contrôlée par un **PGNAA** (Prompt Gamma Neutron Activation Analysis). Ce dernier donne des informations importantes sur la composition chimique du mélange et sur les proportions de chaque composé chimique, ces données vont être interprétées ensuite par la salle de contrôle du concasseur.

d. Broyage du cru

Le broyage du cru est une opération qui consiste à préparer un mélange homogène avec une bonne répartition granulométrique pour assurer les meilleures conditions de cuisson de la farine. Il consiste à l'introduire dans le broyeur à cru dans lequel il subit des actions mécaniques pour l'obtention de la farine. La farine obtenue (une poudre fine de dimension comprise entre 0 et 200 μ) est stockée par la suite dans un silo d'homogénéisation. En fonction de la composition chimique des différentes matières premières de la farine crusortie du broyeur, le mélange des différentes matières se fait de manière automatique par des doseurs à bande pilotés à partir du laboratoire par un système de gestion du cru **PGNAA**.

Le broyage et le séchage des matières premières se fait dans un broyeur vertical à deux paires de galets avec un séparateur incorporé. Le séchage de la matière est assuré par les gaz chauds en provenance de la tour de préchauffage et du refroidisseur en cas de besoin. La matière fine à la sortie du séparateur est récupérée sous forme de farine dans les cyclones et dans le filtre cru.



• **Proportions des matières premières dans le cru :**

Pour avoir une bonne composition chimique du cru dépendant de la composition chimique de chaque matière première et pour limiter les quantités des impuretés, on fait une optimisation de la composition chimique à l'aide de 3 équations :

• **Equation 1: Taux de saturation en chaux :**

Cette équation détermine la quantité de chaux nécessaire pour saturer les trois autres oxydes (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃)

LSF = Lime Saturation Factor (taux de saturation en chaux)

$$L S F = \frac{C a O \times 100 \%}{2,8 S i O_2 + 1,18 A l_2 O_3 + 0,65 F e_2 O_3}$$

• **Equation 2: Module silicique :**

La deuxième équation nécessaire est celle qui détermine la relation entre la quantité de SiO₂ d'une part et la quantité d'Al₂O₃ et Fe₂O₃ d'autre part. Ce rapport s'appelle, le module silicique. Il caractérise bien le produit en ce qui concerne le rapport solide / liquide en zone de cuisson.

$$M S = \frac{S i O_2}{A l_2 O_3 + F e_2 O_3} = \frac{S}{A + F} = 1,9 \text{ à } 3,2$$

• **Equation 3: Module**

aluminoferrique :

La troisième équation est celle qui détermine la relation entre la quantité d'Al₂O₃ et de Fe₂O₃. Cette équation s'appelle le module aluminoferrique. Sa valeur caractérise la nature de la phase fondue, qui contient presque la totalité des 2 oxydes Al₂O₃ et Fe₂O₃.

$$M A = \frac{A l_2 O_3}{F e_2 O_3} = \frac{A}{F} = 1,5 \text{ à } 2,5$$

Remarque : La nomenclature utilisée dans la chimie du ciment est la suivante :

La silice (SiO ₂)	:	S	La magnésie (MgO) :	M
La chaux (CaO)	:	C	L'oxyde de sodium (Na ₂ O) :	N
L'alumine (Al ₂ O ₃)	:	A	L'oxyde de potassium (K ₂ O) :	K



La ferrite (Fe_2O_3) : F

L'eau (H_2O) : H

e. Homogénéisation

La farine produite est récupérée dans des transporteurs à chaîne qui alimentent un élévateur à godets et à bandes, elle est stockée par la suite dans le silo d'homogénéisation et de stockage. Le remplissage de ce silo se fait à partir d'un pot de distribution fluidisé. Ce mode d'alimentation en quatre points permet une meilleure répartition de la matière dans le silo et augmente l'efficacité de l'homogénéisation qui se fait dans un pot situé à la sortie du silo.

f. Cuisson

La cuisson s'effectue selon le procédé à voie sèche intégrale. La ligne de cuisson est constituée de deux tours de préchauffage à cinq étages de cyclones chacune ainsi qu'un précalcinateur et un four rotatif de 3.8 mètre de diamètre et de 62 mètre de longueur et dont la vitesse de rotation peut atteindre 5 tours /min.

L'air secondaire chaud qui vient du refroidisseur situé en aval pénètre dans le four en étant mélangé à l'air primaire de combustion et traverse le four à contre-courant de la matière.

La flamme résultante de la combustion du coke de pétrole se trouve à l'extrémité la plus basse du four. La matière est introduite à l'autre extrémité et avance lentement sous l'effet de la rotation et de la pente du four.

Pour protéger la virole du four et ses équipements auxiliaires et pour éviter les pertes de chaleurs importantes, le four rotatif est garni de briques réfractaires, adaptées aux nécessités de chaque zone, et au fur et à mesure de l'avancement de la matière dans le four, elle complète sa décarbonatation à une température de 1450°C , La matière qui sort du four est **le clinker** qui se présente sous forme de grains gris foncés arrondis dont les dimensions sont irrégulières.





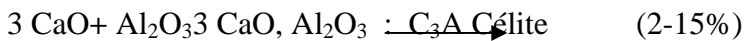
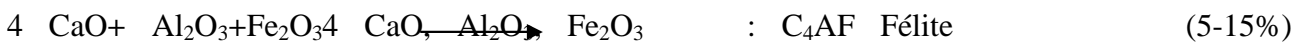
Figure 5 : Schéma des 5 cyclones de la tour de préchauffage lié au four rotatif

Dans le four on distingue trois phases :

- **Phase de décarbonatation** : Dissociation de CaCO_3 (400-500°C)



- **Phase transitoire ou phase liquide** Caractérisée par la formation des combinaisons provisoires (900-1300°C)



1250-1300°C : Apparition de la phase liquide.

- **Phase de clinkerisation** : transformation de C_2S en C_3S (1300 à 1450) °C



g. Refroidissement

A l'aval du four, le clinker sort avec une température qui dépasse 1400 °C et chute vers 100°C dans le refroidisseur pour subir une trompe rapide afin de figer les C_3S et de les empêcher de redevenir des C_2S , ce qui influe sur la qualité du clinker en matière de sa composition et qui influe par la suite sur l'atelier de broyage car les C_2S sont difficile à broyer. Les refroidisseurs permettent aussi de baisser la température du clinker pour faciliter la manutention et le stockage.

h. Broyage du ciment

A la fin de la cuisson, le clinker se présente sous forme de grains d'un diamètre compris entre 5 et 40 mm environ. Ces granulats seront broyés avec des ajouts (gypse, calcaire), et à des pourcentages différents selon la qualité souhaitée du ciment (CPJ35, CPJ45 et CPJ55), au niveau du broyeur dans des proportions prédéfinies pour subir des efforts mécaniques du broyage et produire ainsi le ciment qui est d'une finesse inférieure à 40 microns. Dans le but d'augmenter le débit de production du ciment, l'usine HOLCIM Ras El Ma utilise deux broyeurs qui fonctionnent simultanément (BK3 et BK4) : Un broyeur à boulets d'un débit de 25 t/h

«Figure ci-dessous » et un autre broyeur vertical à galets «même génération que le broyeur Cru» d'un débit de 130 t/h assurent le broyage à partir d'un mélange de clinker, calcaire et gypse.

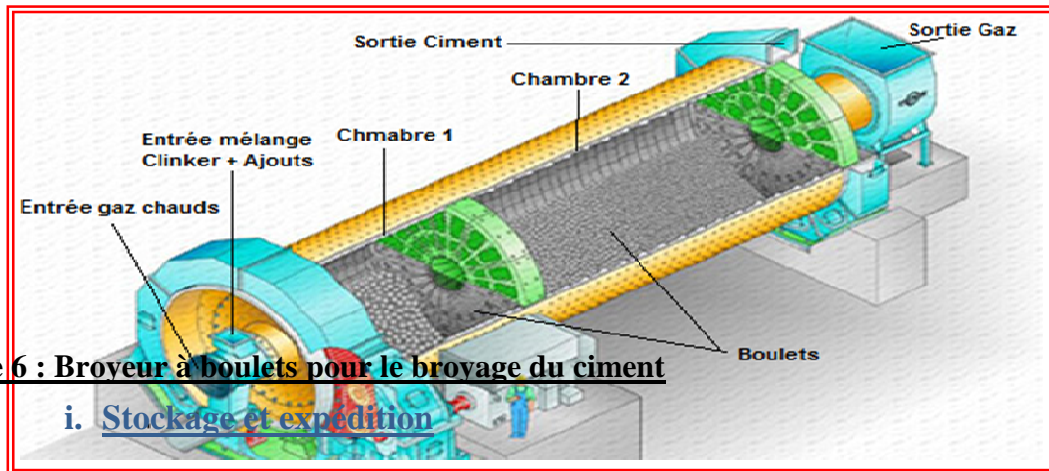


Figure 6 : Broyeur à boulets pour le broyage du ciment
i. Stockage et expédition

Les expéditions comprennent le stockage du ciment et son conditionnement. Acheminés vers les silos de stockage par transport pneumatique ou mécanique, les ciments quittent l'usine en sacs (92.81% de l'expédition) ou en vrac (7.19% de l'expédition). Les sacs contiennent généralement 50 kg de ciment et l'ensachage atteint fréquemment 100 t/h. Les sacs sont acheminés vers des palettiseurs qui constituent des palettes de 1500 kg transportées par camion. Le ciment livré en vrac est transporté par camion-citerne.



Figure 7 : Expédition ciments en sacs et en vrac

Le procédé de fabrication du ciment est simplifié par le schéma suivant (figure 8) :



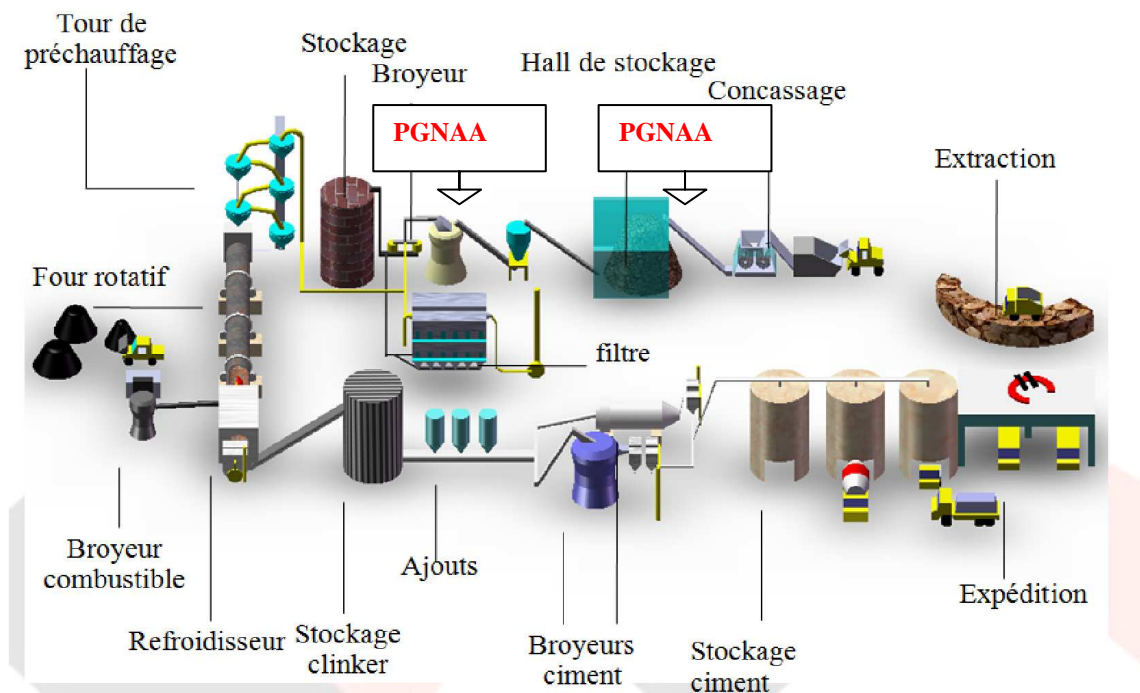


Figure 8 : Schéma du procédé de fabrication du ciment à la cimenterie de Ras El Ma

III- Le contrôle qualité du ciment

Les cimenteries modernes sont aujourd'hui fortement automatisées. Les ordinateurs analysent en permanence les données transmises par les capteurs disposés en différents points de l'unité de production. De la salle de contrôle, 24 heures sur 24 et 7 jours sur 7, les techniciens supervisent l'ensemble des phases de la production.

Les résultats de ces contrôles effectués au sein du laboratoire sont utilisés pour la correction des consignes des doseurs et que rectifie automatiquement la salle de contrôle. Dans le laboratoire de HOLCIM Ras El Ma, on trouve des différentes procédures chimiques et physiques nécessaires pour effectuer ces contrôles.

1. Les essais chimiques

a. Analyse par spectrométrie de fluorescence-X

C'est une technologie moderne qui facilite la tâche d'exploitation de plusieurs résultats. Le principe de cette analyse consiste à sur-broyer l'échantillon à analyser dans un sur-broyeur pour avoir des granulats de dimension très fins. Par la suite on met presque 15 g dans un presseur hydraulique pour former ainsi une pastille qu'on va la mettre en contact avec les rayons X dans un analyseur par fluorescence. Les résultats



sont traités automatiquement par l'ordinateur qui nous affiche le pourcentage en chaque constituant. Les résultats de ces contrôles sont utilisés pour la correction des consignes des doseurs qui sont rectifiées automatiquement par la salle de contrôle et pour suivre la conformité du produit dans tout le procédé.

Domaine d'application : Matière première, Cru, farine chaude, Clinker et Ciment.



Figure 9 : Spectromètre de fluorescence-X

b. Détermination de la teneur en fluorine (CaF_2)

La fluorine est la plus chère des matières premières entrant dans la composition du mélange cru, ceci exige beaucoup de soin et de précision au niveau de l'analyse de sa teneur dans les produits intermédiaires à fin de réaliser la qualité souhaitée du produit final. L'ajout de la fluorine comme agent minéralisateur permet de baisser la température de cuisson du clinker, améliorer sa qualité, et par suite réduire les dépenses énergétiques et le coût de la tonne du ciment (utiliser moins de clinker minéralisé (plus réactif) dans le ciment).

Mode opératoire :

Dans un creuset en Nickel, on mesure :

- 0.5g d'échantillon à analyser (clinker)
- 4g d'Hydroxyde de sodium NaOH.

NaOH est capable de transformer la fluorine CaF_2 (Insoluble dans l'eau) en NaF (Soluble dans l'eau) pour pouvoir faire l'analyse des ions fluorures, et ceci doit être fait à une température très élevée.



- Introduire le creuset dans le four à une température de 500°C jusqu'à la fusion des deux constituants pendant environ 5min.

L'attaque à 500°C permet de transformer la silice SiO_2 en silicate de sodium Na_2SiO_3 , et l'alumine Al_2O_3 en aluminat de sodium NaAlO_2 selon les deux réactions suivantes :



- Sortir le creuset et l'attaquer directement à l'aide d'un chalumeau jusqu'à ce que le contenu du creuset se colore en rouge (entre une à deux minutes).
- Laisser le creuset refroidir (entre deux à trois minutes).
- Dans un bêcher contenant environ 100ml d'acide citrique 1.5M, on plonge le creuset refroidi. Une réaction violente se déclenche entre l'acide et le contenu du creuset. À l'aide d'une baguette, on complète la mise en solution de la masse contenue dans le creuset. La solution ainsi obtenue est d'une couleur jaune claire.
- Dans une fiole jaugée de 250 ml, on verse la solution obtenue et on complète avec de l'eau distillée.
- Pour déterminer la teneur en fluorine, dans un bêcher de 50ml, on verse 10ml d'échantillon, 10ml de la solution TISAB et 10ml d'eaudistillée. L'ensemble est porté sous agitation magnétique.
- La mesure est lancée en appuyant sur la touche **MEAS PRINT**.
- Le résultat est affiché et imprimé automatiquement.



Figure 10 : Le potentiomètre utilisé à HOLCIM

2. Les essais physiques et mécaniques

a. La prise du ciment

Cet essai a pour but de déterminer le temps de prise pour un ciment, c'est à dire la durée qui s'écoule entre l'instant où le liant (ciment) est mis en contact avec l'eau de gâchage et le début de prise. Sous l'effet d'une charge de 300 g, le début de prise est marqué par l'arrêt de l'aiguille dans le mortier à une distance de $4\text{mm} \pm 1\text{mm}$ du fond de moule. On mesure alors le temps de début de prise. Le temps de fin de prise est celui au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce pas plus de 0,5 mm dans le mortier.

Le temps de fin de prise est appelé temps de prise. L'intervalle de descente de l'aiguille est de 10 minutes. Le mode opératoire consiste à mélanger une quantité de 500 g de ciment avec de l'eau nécessaire pour avoir une pâte de ciment.



Figure 11 :
aiguille de Vicat

Appareillage d'essai à

Le mécanisme de la prise du ciment passe par trois phases :

- **Phase dormante** : Où la pâte pure (ciment et eau) reste en apparence inchangée pendant un certain temps (de quelques minutes à quelques heures suivant la nature du ciment). En fait, dès le malaxage, les premières réactions se produisent, mais sont ralenties grâce aux ajouts de gypse.
- **Début de la prise** : Après une ou deux heures pour la plupart des ciments, on observe une augmentation brusque de la viscosité. C'est le début de prise, qui est accompagné d'un dégagement de chaleur.

- **Fin de la prise** : La fin de prise correspond au moment où la pâte cesse d'être déformable et se transforme en un matériau rigide. Le temps de début de prise est déterminé à l'instant où l'aiguille de Vicat ne s'enfonce plus jusqu'au fond d'une pastille de pâte pure de ciment.

b. Résistance à la flexion et à la compression

Les essais de flexion et de compression permettent de déterminer la résistance du ciment. Pour cela, des éprouvettes de ciment doivent être préparées comme suit :

- Peser directement 225 g d'eau dans un bol du malaxeur séché et nettoyé convenablement.
 - Peser 450g de ciment et le verser dans le bol du malaxeur.
 - Mettre le malaxeur en marche en mode automatique.
 - Après 30secondes, verser en haut du bol 1350g de sable normalisé.
- **Essai de Flexion** :La flexion permet de déterminer la contrainte de traction par flexion. La rupture est effectuée à l'aide d'un appareil à presse muni d'un dispositif qui casse l'éprouvette en affichant la pression supportée en Mégapascal.
 - **Essai de Compression** :Chaque demi éprouvette passe en compression sur faces latérales, entre deux plaques de métal dur. Enfin, l'appareil à presse indique la pression limite à laquelle l'éprouvette a résisté.



Figure 12 : Appareil presse IBERTEST et le moule préparé

Chapitre III

Les analyses effectuées sur les produits finis et semi-finis, sont réalisées dans l'objectif d'effectuer les corrections nécessaires pour l'amélioration des performances de ces produits et pour répondre aux exigences des clients.

Etude granulométrique des tranches du clinker



I. Généralités sur le clinker

Le clinker est un produit semi fini qui résulte de la cuisson d'un mélange composé d'une quantité de calcaire en grande partie et une quantité beaucoup moins faible constituée d'argile, de schiste et de minerai de fer, le rassemblement de tous ces composés à l'entrée du four est dit « cru ».

La cuisson du cru dans le four rotatif à une température de 1450°C aboutit à la formation du clinker qui est le produit de base du ciment. Pour cette raison, le clinker doit subir un contrôle strict et rigoureux. Il subit un refroidissement brusque qui provoque une texture et une granulométrie différente.

La granulométrie est l'étude de la distribution statistique des tailles d'une population d'éléments finis de matière naturelle ou fractionné. Elle a pour objet la mesure de la taille des particules élémentaires qui constituent les ensembles des grains de substances diverses. La granulométrie permet aussi la définition des fréquences statistiques des différentes tailles de grains dans l'ensemble étudié.

II. Critères chimiques et minéralogiques du clinker

1. Compositions chimiques du clinker

Par le dosage précis de matières premières et le contrôle de la cuisson, le clinker Portland répond à des critères précis qui lui procurent la réactivité optimale dans un domaine choisi. Le processus de cuisson permet de transmettre à la matière à cuire, pour une qualité donnée du cru, la quantité de chaleur qui assure la qualité désirée du produit cuit en vue de fabriquer des ciments hydrauliques suivant les spécifications des normes et de la clientèle en :

- minimisant les coûts de production.
- optimalisant le débit du produit de cuisson.



- minimisant la dépense d'énergie.
- minimisant les variations de qualité.

Dans le four, le mélange cru après séchage et décarbonatation arrive sous la forme de poudre ou de petites granules dans la zone de cuisson. Les réactions chimiques commencent sous l'effet de la température. L'oxyde de fer se combine à l'oxyde d'aluminium et à l'oxyde de calcium pour former l'aluminoferritetétra calcique (C_4AF).

L'alumine restante réagit avec de l'oxyde de calcium pour former l'aluminate tricalcique (C_3A). Ces 2 composants forment la phase liquide.

Les oxydes de silicium et de calcium réagissent ensemble pour former le silicate bicalcique (C_2S) qui, lui-même, se transforme en silicate tricalcique (C_3S) tant qu'il reste de l'oxyde de calcium non combiné. A la sortie du four, l'oxyde de calcium non combiné s'appelle chaux libre (CaO libre).

2. Performances du ciment et éléments mineurs du clinker

a- La Chaux libre

Lorsque le facteur de saturation en chaux est supérieur à 100 %, il y a déséquilibre entre les constituants. Toute la chaux ne peut être saturée et reste sous la forme de chaux non combinée ou chaux libre. La chaux libre est un paramètre essentiel pour juger de la qualité et du degré de cuisson du clinker. Des clinkers bien cuits résultants d'un cru bien dosé et de bonne granulométrie présentent des teneurs inférieures à 3 %. Des augmentations de la teneur en chaux libre peuvent provenir d'un dérèglement du processus de cuisson ou d'un manquement dans la préparation du cru :

- facteur de saturation en chaux (LSF) trop élevé.
- broyage grossier ou hétérogénéité de la farine.
- température de cuisson insuffisante.
- conditions réductrices dans la zone de cuisson.

b- Les éléments mineurs

Les éléments mineurs influencent le processus de cuisson et les performances du clinker fabriqué :

- Une teneur en magnésium trop élevée entraîne des gonflements importants plusieurs années après la mise en place du béton.

- Une teneur en phosphate trop élevée retarde le temps de prise du mortier.
- Les sulfates alcalins influencent parfois favorablement, parfois défavorablement le niveau des résistances à la compression.
- Les éléments volatils (alcalins, sulfate et chlorure) provoquent des collages dans le système de cuisson et entraînent des dépôts.

3. Les minéralisateurs et les fondants

L'obtention d'une bonne aptitude à la cuisson à cause d'une saturation en chaux élevée ou de matières premières peu réactives, a conduit à l'utilisation de composés minéralisateurs. L'utilisation de fluorure de calcium est signalée comme agent qui facilite la cuisson du clinker Portland, réduit la consommation calorifique et/ou augmente le débit du four.

III. Etude granulométrique du clinker

Chaque élément de clinker a un rôle dans la fabrication du ciment : SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A , CaO (libre), ils ont une importance au niveau de l'hydratation et la résistance de ciment. Pour cette raison on a choisi ces éléments pour effectuer notre étude sur le clinker.

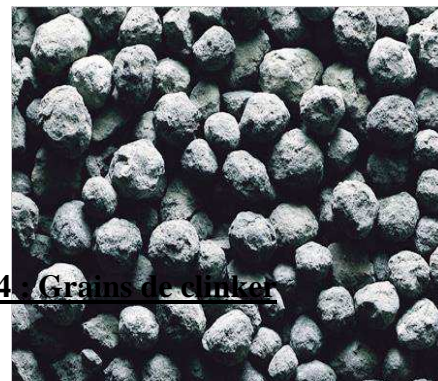
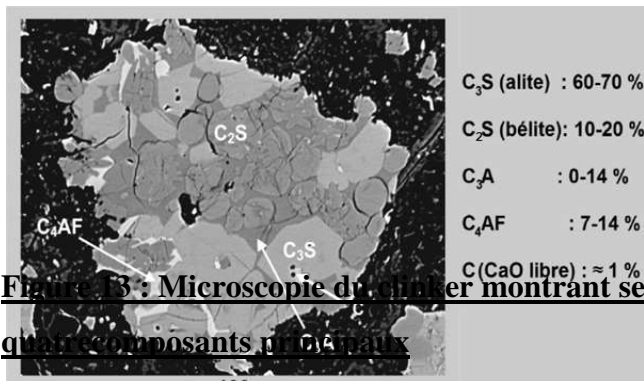


Figure 13 : Microscopie du clinker montrant ses quatre composants principaux **Figure 14 : Grains de clinker**

Le tableau ci-dessous montre l'influence ou la participation des éléments présents dans le clinker sur la prise et la résistance que ça soit à jeune âge ou à long terme du ciment.

Minéraux	Formule chimique	Symbole	Rôle
Silicates tricalcique	$3CaO \cdot SiO_2$	C_3S	Résistance initiale
Silicates bicalcique	$2CaO \cdot SiO_2$	C_2S	Résistance long Terme
Aluminates Tricalcique	$3CaO \cdot Al_2O_3$	C_3A	Prise rapide



Alumino-ferrite
Tétracalcique

$4\text{CaO} \cdot$
 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$

C_4AF

Sans effet sur la
résistance du ciment

TABLEAU 1 : Rôle des composants du clinker sur le ciment

Et comme le clinker présente une granulométrie très variée, les grains issus de la clinkérisation sont répartis en trois parties contenant quatre tranches.

- Une partie grossière correspondante à la tranche supérieure à 25 mm.
- Une partie intermédiaire correspondante à la tranche qui se situe entre 15 et 25 mm, et la tranche entre 5 et 15 mm.
- Et enfin, une partie fine correspondante à la tranche inférieure à 5 mm.

La collaboration du laboratoire avec les services de production doit être assurée car la qualité du clinker dépend de la chimie et de la cuisson de la farine, et grâce à la grande quantité produite du clinker, il est donc intéressant pour une cimenterie d'instaurer un contrôle journalier de la production du four. Et par conséquent, HOLCIM est obligé de faire des analyses, dans les mêmes conditions et chaque deux heures, sur la tranche qui représente la majorité du clinker au lieu d'analyser l'ensemble.

L'objectif de notre étude est donc la détermination des propriétés et des caractéristiques chimiques de chaque tranche granulométrique, tout en comparant la moyenne pondérée de chaque élément chimique, avec celle définie par le laboratoire en vue de chercher la meilleure taille des grains «tranche optimale» et la plus représentative de la majorité du clinker au quel doit se référer le laboratoire afin de minimiser le temps et diminuer la marge d'erreur.

Pour notre étude nous avons réalisé les opérations suivantes :

- Appliquer le test de normalité (test de shapiro-wilk) afin de vérifier si les résultats obtenus suivent une loi normale ou non.
- Faire appliquer le test d'ANOVA-1 pour vérifier s'il y a un facteur taille sur les résultats obtenus.
- Faire l'analyse granulométrique de toutes les tranches pour déduire la proportion de chacune d'entre elles dans le but de chercher quelle tranche est la plus fréquente.



- Etudier la répartition et la présence des éléments pour chaque tranche du clinker en réalisant des analyses par spectrométrie de fluorescence-X pour les grains de chaque tranche.
- Prouver à partir des tests statistiques appliqués sur les résultats obtenus la tranche la plus représentatif par rapport aux autres tranches du clinker (**test de Student**).

1. Classification des particules par tranches granulométriques

Généralement la granulométrie du clinker varie de 1 à 50 mm. Nous avons donc choisi de classer les particules par tranches granulométriques en utilisant des tamis dont le diamètre varie de 1 à 50 mm d'ouverture.

On fait passer le clinker, une fois refroidi, dans des tamis de différentes ouvertures qui sont décroissantes du haut vers le bas. Les tamis mis en jeu ont les ouvertures suivantes : 50 mm, 40mm, 31.5 mm, 25 mm, 20 mm, 14 mm, 10 mm, 5 mm, 3.15 mm, 1 mm et un fond de tamis qui récupère les particules ayant un diamètre inférieur à 1 mm.

La vibration des tamis est faite manuellement jusqu'à ce qu'il ne passe plus de particules entre des tamis. On verse le clinker, et on pèse les différentes masses des tranches granulométriques $\{>25, [15-25], [5-15], <5\}$ pour déterminer la proportion de chaque diamètre de grain dans le granulat.



Figure 15 : Les tamis classés du haut vers le bas

2. Détermination de la composition chimique

Notre travail a été effectué au laboratoire d'analyses chimiques, sur plusieurs échantillons du clinker :

Echantillon 1 : **< 5 mm** ; Echantillon 2 : **[5-15]** ; Echantillon 3 : **[15-25]** ; Echantillon 4 : **> 25**.

Les échantillons ont été analysés par le spectromètre de fluorescence-X, nous avons procédé pour chaque échantillon de la façon suivante :



- l'échantillon est mis dans un sac en plastique après l'avoir bien homogénéisé.
- On prend 20g de cet échantillon et on l'introduit dans l'assiette de broyage **et on met deux gouttes de Triéthanolamine (Voir annexe)** pour éviter le colmatage de la matière dans le bol et faciliter le compactage de la pastille.
- **Ensuite, l'assiette est introduite dans un sur-broyeur pendant 3 minutes pour obtenir des particules très fines.**
- Après, on introduit 15g de l'échantillon broyé dans un pressoir hydraulique pour former une pastille qu'on va mettre en contact avec le spectromètre de fluorescence-X (Voir annexe). Les résultats sont traités automatiquement par un ordinateur qui nous affiche le pourcentage en chaque constituant.

L'analyse de la pastille se fait grâce à un spectromètre de fluorescence-X : cet appareil procède pour effectuer l'analyse chimique au bombardement à rayons X suivant le programme demandé correspondant à la matière traitée, le spectromètre donne la composition chimique de façon directe et brève à 2 minutes environ du lancement.

3. Traitement statistique des résultats d'analyse

Les méthodes statistiques et les stratégies de planification expérimentale, sont des outils privilégiés dans la plupart des recherches de développement et d'optimisation. Cependant la minimisation d'erreurs dans les méthodes d'analyses au sein d'un laboratoire nécessite une étude particulière, qui nous permet d'éliminer le maximum des erreurs d'expérimentateur ou la variabilité du phénomène étudié.

a- La normalité

En statistique, les tests de normalité permettent de vérifier si des données réelles suivent une loi normale ou non. Ce test prend une place importante en statistiques. En effet, il est indispensable de s'assurer que la distribution de l'échantillon est compatible avec l'hypothèse de distribution gaussienne de la variable (test de normalité).

Durant notre travail on s'est servi des différents tests statistiques (Shapiro-Wilk, ANOVA-1 et test de Student).

• **Démarche statistique :**



H₀ : la distribution des données est normale

H₁ : la distribution des données n'est pas normale.

Au niveau de risque α (typiquement 0,05 ou 0,01) : Si la p-value trouvée est **supérieure** à α , l'hypothèse **H₀** sera acceptée, on dit que le test n'est pas significatif et on conclura que la distribution est normale. Sinon si la p-value trouvée est inférieure à α , on acceptera l'hypothèse **H₁** et on conclura que la distribution n'est pas normale.

b- Analyse de la variance à un seul facteur

L'analyse de la variance ou ANOVA est un des tests fondamentaux de la statistique.

ANOVA est l'acronyme de « **AN**alysis**Of** **V**ariance ».

L'analyse de la variance à un facteur s'applique lorsque l'on souhaite prendre en compte un seul facteur de variabilité afin de vérifier si le facteur est significatif ou non.

Son objectif principal est de tester l'hypothèse selon laquelle les moyennes de plusieurs (k) groupes indépendants de distributions normales sont égales.

L'hypothèse nulle **H₀** : $\mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$

L'hypothèse alternative **H₁** : il existe au moins une moyenne différente des autres.

Source de la variance	Somme des carrés des écarts	Degré de liberté	Variance	F	P value (F>F _{obs})
Inter-groupe	SCE _{facteur}	N-K	$F_{\text{facteur}} = \frac{SCE_{\text{facteur}}}{SCE_{\text{résidu}}}$	$\frac{S^2_{\text{facteur}}}{S^2_{\text{résidu}}}$	(F>F _{obs})



Intra-groupe	SCE résidu	k-1	$\frac{SCE\ résidu}{SCE\ résidu}$		
Total	SCE total	N-1			

TABLEAU 2 : Analyse de la variance

$$SCE_{\text{facteur}} = \sum_{i=1}^p n_i (\bar{y}_i - \bar{y})^2$$

$$SCE_{\text{résidu}} = \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^{n_i} (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$$

$$SCE_{\text{total}} = SCE_{\text{facteur}} + SCE_{\text{résidu}}$$

● **Règle de décision :**

L'analyse ayant préalablement choisi au niveau de risque α (typiquement 0,05 ou 0,01) : Si la p-value de l'ANOVA est inférieure à α , l'hypothèse d'égalité des moyennes sera rejetée. Sinon, on conclura que les données ne sont pas incompatibles (à ce niveau de risque) avec l'hypothèse d'égalité des moyennes.

c- Test de comparaison entre deux variances (test de Fisher)

Le test de Fisher est un test d'hypothèse statistique qui permet de tester l'égalité de deux variances en faisant le rapport des deux variances et en vérifiant que ce rapport ne dépasse pas une certaine valeur théorique que l'on cherche dans la table de Fisher.

Avec : $F_{\text{obs}} = \frac{S^2_{\text{facteur}}}{S^2_{\text{résidu}}}$ et $F_{\text{crit}}(k-1, N-k, 1-\alpha)$ lue dans la table de Fisher.



Au niveau de risque α (typiquement 0,05 ou 0,01) : Si la valeur **F obs** trouvée est **inférieure** à la valeur **Fcrit** lue dans la table de Fisher : On accepte l'hypothèse **H₀** d'égalité des variances. Sinon Si la valeur **F obs** trouvée est **supérieure** à la valeur **Fcrit** donc le facteur considéré est un facteur influençant et les variances varient significativement avec ce facteur.

d- Test de conformité d'une moyenne (test de Student)

C'est un test de conformité d'une moyenne par rapport à une valeur fixe (valeur de référence définie à l'avance par le laboratoire).

• Statistique du test :

La statistique du test de conformité d'une moyenne est définie par la formule suivante :

$$t_{\text{cal}} = \frac{|X_m - R|}{S/\sqrt{n}}$$

Avec : R la valeur fixe, X_m la moyenne calculée, S l'écart-type et n le nombre de mesure.

On compare la valeur calculée (t_{calculé}) avec la valeur critique de Student à n-1 degré de liberté.

Avec : **H₀ : $\bar{x} = \mu_0$**

H₁ : $\bar{x} \neq \mu_0$

• Règle de décision :

H₀ est vérifiée si : **$T_{\text{cal}} \leq t_{\text{critique}}$**

H₀ est rejetée si : **$T_{\text{cal}} > t_{\text{critique}}$**

4. Evaluation des résultats d'analyse de clinker

a- Vérification de la normalité des données (test de Shapiro Wilk)

Traiter la normalité des résultats obtenus par application de test ryan-joiner similaire au test de shapiro-wilk par le logiciel Minitab : Il convient de s'assurer de la normalité d'un échantillon, avant d'employer un test dit paramétrique, comme le test t-student et de Fisher. Les résultats d'analyse par spectromètre de fluorescence-X des éléments de (sulfate SO₃, l'alite Silicate tricalcique (C₃S), Silicate bicalcique (C₂S), l'aluminate tricalcique (C₃A), la chaux libre CaO(L)) ainsi que l'analyse de la fluorine des différents échantillons du clinker sont regroupés respectivement dans les tableaux suivants (3, 4, 5, 6, 7, 8). La valeur minimale, maximale ainsi que la moyenne sont également présentées dans le même tableau. Au-dessous de chaque tableau on



trouve leurs graphes, Figures (16, 17, 18, 19, 20, 21) qui traduit la normalité de ces derniers pour chaque élément chimique présent dans le clinker. Ce type de graphe est utilisé pour vérifier si un ensemble des valeurs suit une distribution normale.

↳ **Pour SO₃:**

tr. (mm) Date	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	1,41	1,27	1,93	1,93
25/03/14_10h	1,46	1,38	1,85	1,92
26/03/14_10h	1,42	1,27	1,91	1,97
27/03/14_10h	1,36	1,25	1,87	1,93
28/03/14_12h	1,37	1,31	1,87	2,12
31/03/14_10h	1,42	1,36	1,99	2,14
01/04/14_10h	1,32	1,27	1,88	2,34
02/04/14_10h	1,38	1,26	1,95	2,35
02/04/14_12h	1,39	1,33	1,96	2,22
03/04/14_10h	1,36	1,28	1,91	2,18
04/04/14_12h	1,35	1,31	1,86	1,94
07/04/14_10h	1,35	1,33	1,83	1,97
08/04/14_10h	1,33	1,32	1,86	2,35
09/04/14_10h	1,40	1,28	1,88	2,03
09/04/14_14h	1,42	1,36	1,89	2,19
10/04/14_10h	1,41	1,34	1,92	1,99
11/04/14_11h	1,48	1,40	1,97	2,21
14/04/14_11h	1,48	1,32	1,89	2,02
15/04/14_10h	1,47	1,24	1,88	2,09
15/04/14_12h	1,48	1,35	1,93	2,12
16/04/14_10h	1,45	1,31	1,97	2,23
16/04/14_12h	1,45	1,36	1,82	2,22
17/04/14_08h	1,46	1,31	2,01	2,19
17/04/14_10h	1,43	1,34	2,00	2,05
17/04/14_12h	1,35	1,33	2,05	2,14
18/04/14_12h	1,38	1,23	2,04	2,27
18/04/14-12H	1,42	1,27	2,03	2,16
18/04/14-14H	1,37	1,28	2,01	2,27
21/04/14-10H	1,43	1,32	2,06	2,16
22/04/14-10H	1,41	1,29	2,02	2,19
Min	1,32	1,23	1,82	1,92
Max	1,48	1,40	2,06	2,35
Moyenne	1,41	1,31	1,93	2,13



Tableau 3 : Résultats d'analyse du suivi journalier de SO_3 dans le clinker

↳ **Pour C_3S :**

Date \ tr. (mm)	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	79,72	78,18	76,92	75,18
25/03/14_10h	76,81	76,28	74,36	73,55
26/03/14_10h	74,95	74,92	72,35	70,02
27/03/14_10h	77,69	75,11	74,33	73,29
28/03/14_12h	79,92	78,77	77,53	76,69
31/03/14_10h	80,01	78,08	79,06	78,09
01/04/14_10h	76,44	75,20	74,63	73,90
02/04/14_10h	75,31	75,28	73,74	76,20
02/04/14_12h	80,72	77,36	76,68	76,01
03/04/14_10h	74,73	75,89	72,17	71,63
04/04/14_12h	78,83	77,91	75,98	75,03
07/04/14_10h	75,61	74,68	73,73	72,01
08/04/14_10h	74,30	75,90	72,93	71,20
09/04/14_10h	75,35	75,89	73,11	72,55
09/04/14_14h	80,53	79,63	77,63	76,46
10/04/14_10h	79,78	78,66	77,33	76,38
11/04/14_11h	76,29	75,14	74,44	74,16
14/04/14_11h	80,53	79,42	79,12	78,13
15/04/14_10h	80,29	80,13	79,03	78,03
15/04/14_12h	79,23	78,28	77,86	77,19
16/04/14_10h	77,36	74,24	75,31	75,02
16/04/14_12h	77,44	77,25	76,71	75,89
17/04/14_08h	75,74	74,91	74,18	73,17
17/04/14_10h	77,72	77,43	76,73	76,25
17/04/14_12h	81,00	80,08	79,18	78,19
18/04/14_12h	75,25	76,22	74,62	76,91
18/04/14-12H	75,30	74,15	72,83	70,56
18/04/14-14H	74,71	75,91	74,47	71,75
21/04/14-10H	78,56	77,36	76,68	73,91
22/04/14-10H	79,15	75,52	77,25	76,93
Min	74,30	74,15	72,17	70,02



Max	81,00	80,13	79,18	78,19
Moyenne	77,64	76,79	75,70	74,81

Tableau 4 : Résultats d'analyse du suivi journalier de C_3S dans le clinker

↳ **Pour C_2S :**

tr. (mm) \ Date	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	1,56	1,97	2,15	2,12
25/03/14_10h	2,97	3,56	4,06	3,66
26/03/14_10h	5,30	5,79	6,59	6,03
27/03/14_10h	3,78	3,96	4,20	4,04
28/03/14_12h	1,84	3,26	3,97	3,36
31/03/14_10h	2,29	2,77	3,13	2,99
01/04/14_10h	3,16	3,59	4,04	3,86
02/04/14_10h	4,27	5,91	6,26	6,05
02/04/14_12h	1,94	2,69	3,09	2,83
03/04/14_10h	3,04	3,99	4,93	4,11
04/04/14_12h	4,90	5,24	5,68	5,39
07/04/14_10h	4,93	5,01	5,59	5,21
08/04/14_10h	5,11	5,29	5,83	5,39
09/04/14_10h	3,19	3,51	3,98	3,79
09/04/14_14h	2,11	2,32	3,07	2,43
10/04/14_10h	1,41	1,36	1,91	1,58
11/04/14_11h	1,39	1,78	1,15	1,83
14/04/14_11h	1,71	2,26	2,89	2,45
15/04/14_10h	1,37	2,16	1,92	2,25
15/04/14_12h	1,42	1,99	2,69	2,12
16/04/14_10h	2,67	3,49	3,81	3,69
16/04/14_12h	3,11	3,49	3,89	3,59
17/04/14_08h	1,51	2,00	2,97	2,13
17/04/14_10h	2,67	3,29	3,84	3,31
17/04/14_12h	2,98	3,12	3,34	3,28
18/04/14_12h	3,89	4,09	4,22	4,15
18/04/14-12H	4,19	4,43	4,81	4,53
18/04/14-14H	5,15	5,34	5,81	5,52
21/04/14-10H	3,34	3,98	4,37	4,15



22/04/14-10H	3,93	4,37	4,71	4,46
Min	1,37	1,36	1,15	1,58
Max	5,30	5,91	7,30	6,05
Moyenne	3,04	3,53	3,96	3,68

Tableau 5 : Résultats d'analyse du suivi journalier de C_2S dans le clinker

↳ **Pour C_3A :**

Date \ tr. (mm)	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	9,35	9,48	9,69	10,05
25/03/14_10h	9,49	9,56	9,82	10,10
26/03/14_10h	9,11	9,70	9,78	10,20
27/03/14_10h	9,15	9,51	9,66	9,96
28/03/14_12h	9,44	9,81	9,69	9,63
31/03/14_10h	9,56	9,47	9,39	9,12
01/04/14_10h	9,24	9,35	9,30	9,62
02/04/14_10h	9,15	9,24	9,38	9,71
02/04/14_12h	9,08	9,12	9,25	9,48
03/04/14_10h	9,41	9,25	9,41	9,76
04/04/14_12h	9,13	9,33	9,27	9,52
07/04/14_10h	9,27	9,39	9,51	9,62
08/04/14_10h	9,01	9,16	9,22	9,41
09/04/14_10h	8,96	9,08	9,28	9,39
09/04/14_14h	8,96	8,98	9,54	9,14
10/04/14_10h	9,43	9,15	9,38	9,28
11/04/14_11h	8,96	9,08	9,31	9,43
14/04/14_11h	9,39	9,51	9,69	9,77
15/04/14_10h	9,38	9,41	9,58	9,66
15/04/14_12h	9,18	9,30	9,51	9,70
16/04/14_10h	9,31	9,18	9,25	9,33
16/04/14_12h	9,28	9,41	9,53	9,71
17/04/14_08h	9,43	9,49	9,58	9,64
17/04/14_10h	9,11	9,53	9,65	9,77
17/04/14_12h	9,17	9,49	9,61	9,84



18/04/14_12h	9,32	9,41	9,67	9,77
18/04/14-12H	9,38	9,49	9,71	9,98
18/04/14-14H	9,32	9,72	9,83	9,93
21/04/14-10H	9,44	9,66	9,78	9,96
22/04/14-10H	9,02	9,19	9,33	9,51
Min	8,96	8,98	9,22	9,12
Max	9,56	9,81	9,83	10,20
Moyenne	9,25	9,38	9,52	9,67

Tableau 6 : Résultats d'analyse du suivi journalier de C_3A dans le clinker

↳ **Pour CaO Libre :**

Date \ tr. (mm)	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	1,04	1,69	1,85	2,04
25/03/14_10h	2,21	2,49	2,12	2,51
26/03/14_10h	1,17	2,02	1,84	2,17
27/03/14_10h	1,50	2,07	2,06	2,50
28/03/14_12h	1,95	2,44	2,09	2,39
31/03/14_10h	1,83	2,39	2,01	2,43
01/04/14_10h	1,59	1,90	2,01	2,07
02/04/14_10h	1,99	2,26	1,75	1,99
02/04/14_12h	1,98	2,51	1,98	2,14
03/04/14_10h	1,75	1,91	1,86	1,85
04/04/14_12h	1,75	1,83	1,93	1,79
07/04/14_10h	1,73	1,98	1,80	1,83
08/04/14_10h	1,67	1,87	1,81	1,87
09/04/14_10h	1,13	1,87	1,58	2,13
09/04/14_14h	1,35	2,12	1,97	2,05
10/04/14_10h	1,41	2,31	1,87	2,41
11/04/14_11h	1,80	2,15	1,56	1,80
14/04/14_11h	1,53	2,14	1,81	2,23
15/04/14_10h	1,92	2,45	1,70	1,92
15/04/14_12h	1,67	2,10	1,67	1,86
16/04/14_10h	1,84	1,81	1,72	1,84
16/04/14_12h	1,79	2,10	1,89	1,79



17/04/14_08h	1,54	2,38	2,05	2,24
17/04/14_10h	2,27	2,64	2,07	2,14
17/04/14_12h	1,15	2,33	1,57	2,45
18/04/14_12h	1,12	2,45	2,04	2,53
18/04/14-12H	1,14	2,52	2,06	2,56
18/04/14-14H	1,86	2,49	1,86	2,59
21/04/14-10H	2,38	2,38	1,76	2,58
22/04/14-10H	1,72	2,34	2,04	2,44
Min	1,04	1,69	1,56	1,79
Max	2,38	2,64	2,12	2,59
Moyenne	1,66	2,20	1,88	2,17

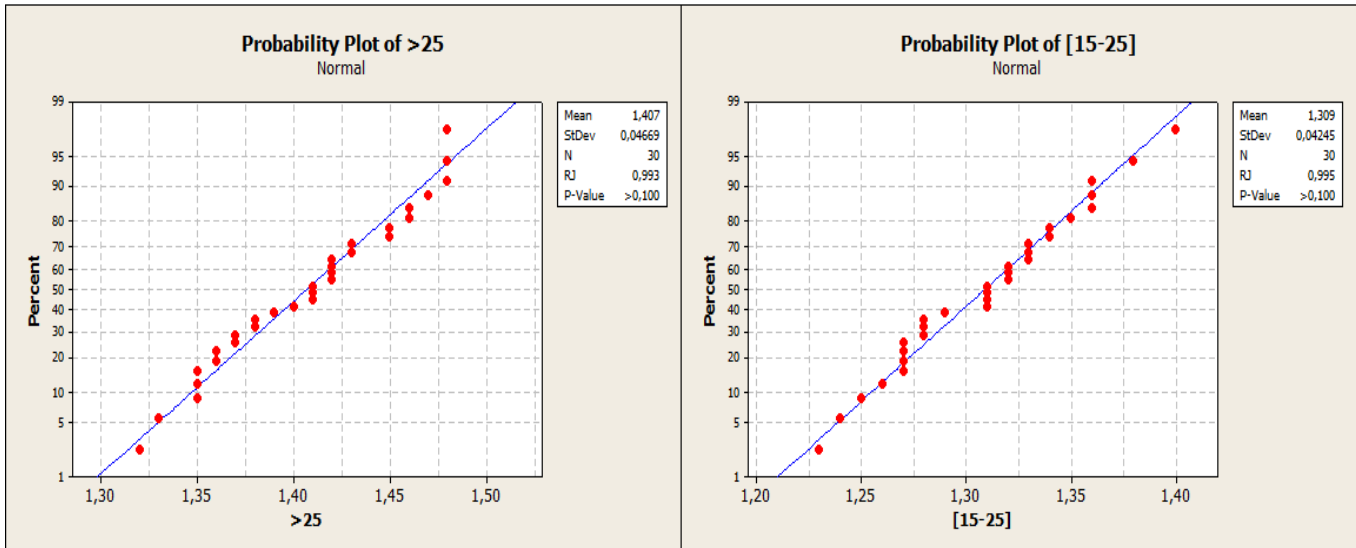
Tableau 7 : Résultats d'analyse du suivi journalier de la chaux Libre dans le clinker

↪ **La fluorine:**

Date \ tr. (mm)	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	0,194	0,191	0,189	0,188
25/03/14_10h	0,183	0,189	0,187	0,187
26/03/14_10h	0,195	0,192	0,188	0,185
27/03/14_10h	0,188	0,187	0,195	0,191
28/03/14_12h	0,187	0,199	0,195	0,197
31/03/14_10h	0,185	0,198	0,188	0,19
01/04/14_10h	0,168	0,198	0,194	0,194
02/04/14_10h	0,168	0,183	0,189	0,183
02/04/14_12h	0,186	0,197	0,201	0,195
03/04/14_10h	0,165	0,179	0,18	0,172
04/04/14_12h	0,168	0,168	0,162	0,164
07/04/14_10h	0,169	0,167	0,163	0,162
08/04/14_10h	0,183	0,172	0,167	0,165
09/04/14_10h	0,180	0,180	0,170	0,168
09/04/14_14h	0,186	0,184	0,170	0,169
10/04/14_10h	0,179	0,190	0,183	0,183
11/04/14_11h	0,191	0,184	0,181	0,18
14/04/14_11h	0,197	0,190	0,190	0,186
15/04/14_10h	0,190	0,170	0,170	0,168



15/04/14_12h	0,179	0,171	0,168	0,168
16/04/14_10h	0,168	0,186	0,190	0,186
16/04/14_12h	0,192	0,183	0,180	0,170
17/04/14_08h	0,172	0,170	0,175	0,179
17/04/14_10h	0,164	0,171	0,176	0,177



17/04/14_12h	0,162	0,180	0,179	0,179
18/04/14_12h	0,170	0,180	0,180	0,168
18/04/14-12H	0,179	0,184	0,185	0,180
18/04/14-14H	0,177	0,183	0,181	0,179
21/04/14-10H	0,180	0,186	0,184	0,168
22/04/14-10H	0,179	0,193	0,190	0,192
Min	0,162	0,167	0,162	0,162
Max	0,197	0,199	0,201	0,197
Moyenne	0,179	0,184	0,182	0,179

Tableau 8 : Résultats d'analyse du suivi journalier de la fluorine dans le clinker

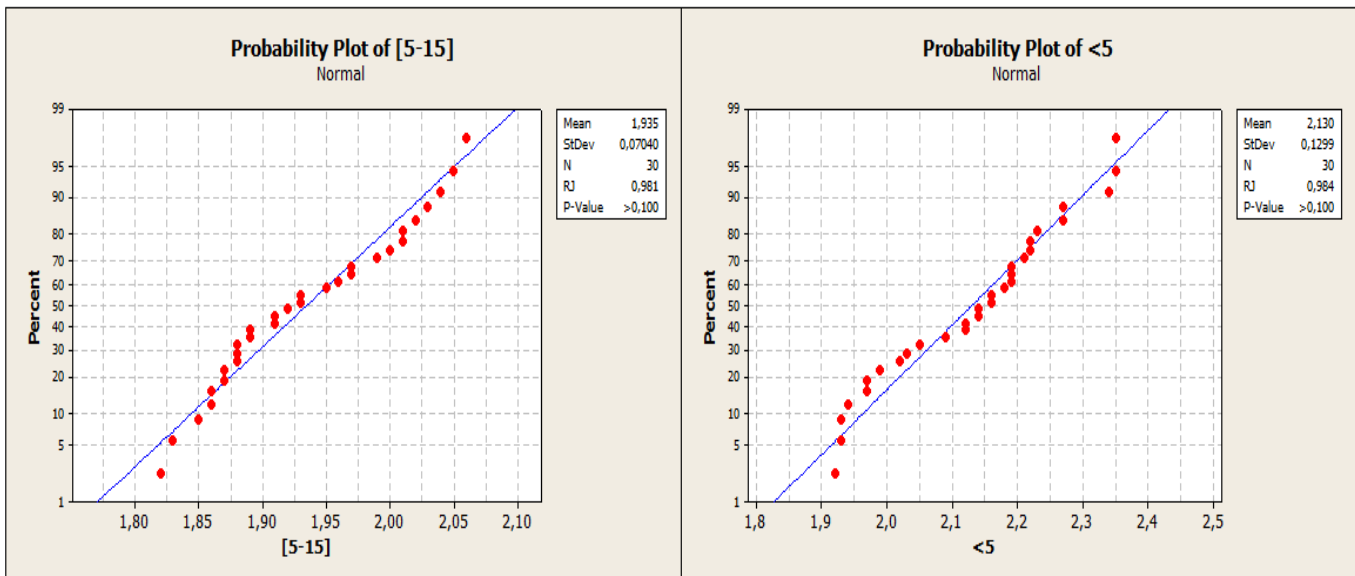
En utilisant les résultats des tableaux (3, 4, 5, 6, 7, 8), on applique le test de normalité (test de Shapiro-Wilk) qui permet de vérifier si les résultats obtenus suivent une loi normale ou non, la réponse est vérifiée par les graphes suivants :

↪ **Pour SO₃:**



Figure 16 : Représentation graphique de la normalité des résultats de SO_3 pour les différentes tranches du clinker : >25, [15-25], [5-15], <5

↪ **Pour C_3S :**



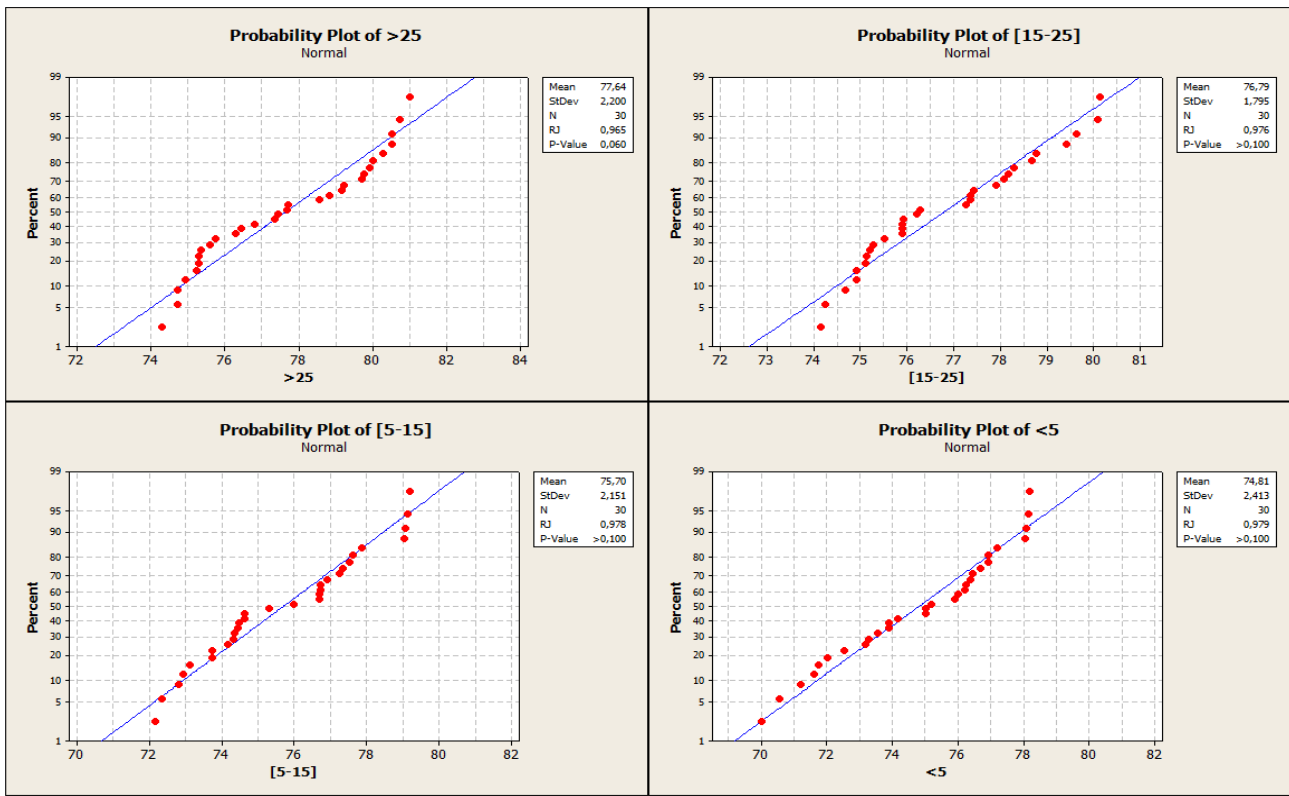


Figure 17 : Représentation graphique de la normalité des résultats de C_3Spour les différentes tranches du clinker : >25, [15-25], [5-15], <5

↩ **Pour C_2S :**

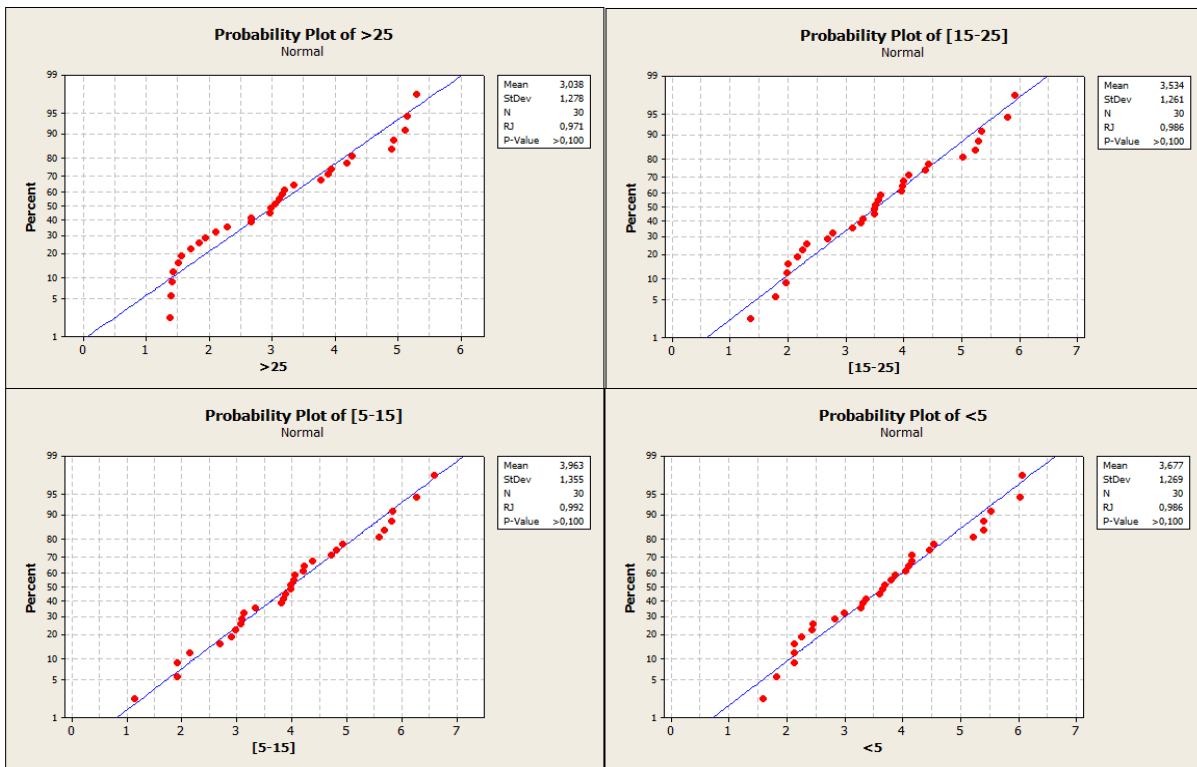


Figure 18 : Représentation graphique de la normalité des résultats de C_2S pour les différentes tranches du clinker : >25, [15-25], [5-15], <5

↪ **Pour C_3A :**

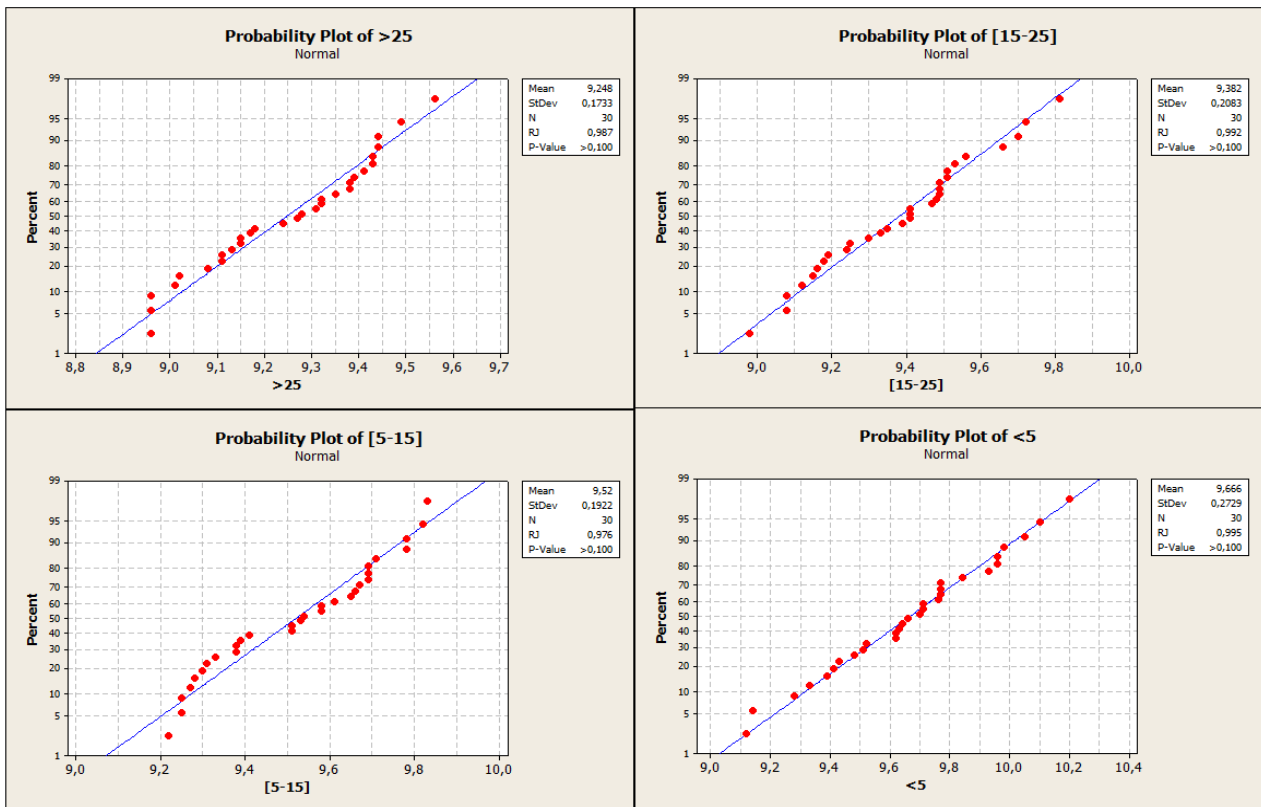


Figure19 : Représentation graphique de la normalité des résultats de C_3A pour les différentes tranches du clinker : >25, [15-25], [5-15], <5

↪ **Pour CaO libre:**

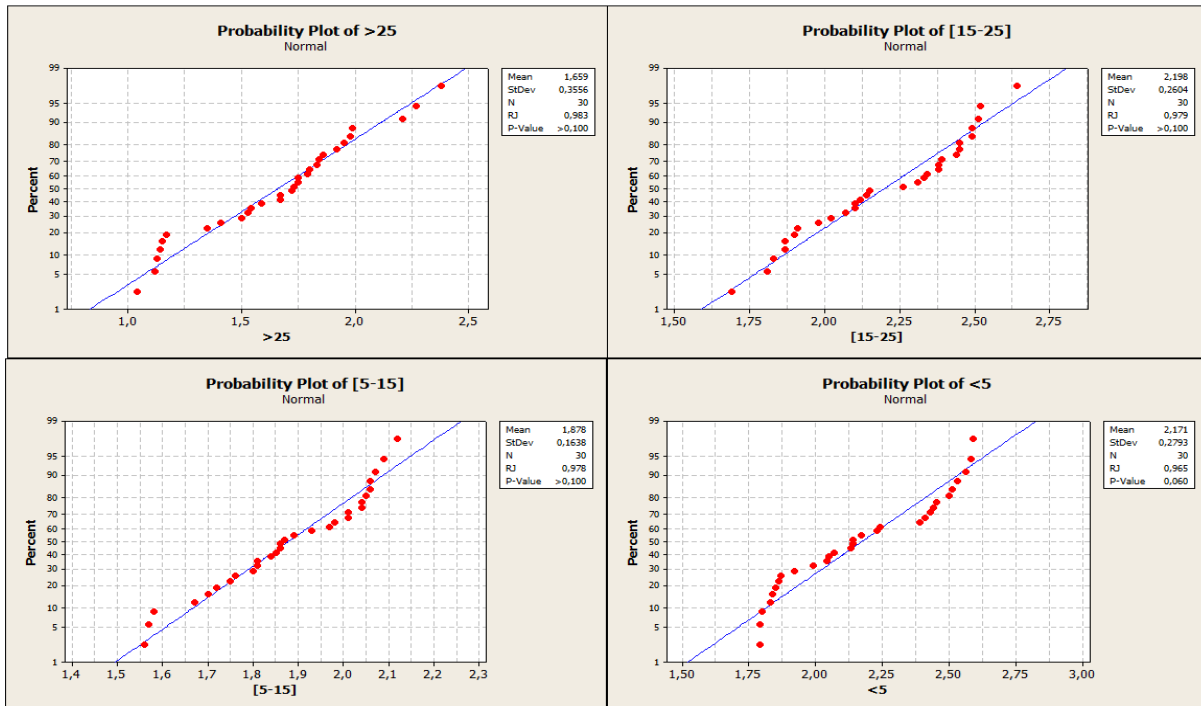


Figure20 : Représentation graphique de la normalité des résultats de CaO libre pour les différentes tranches du clinker : >25, [15-25], [5-15], <5

↪ **La fluorine :**

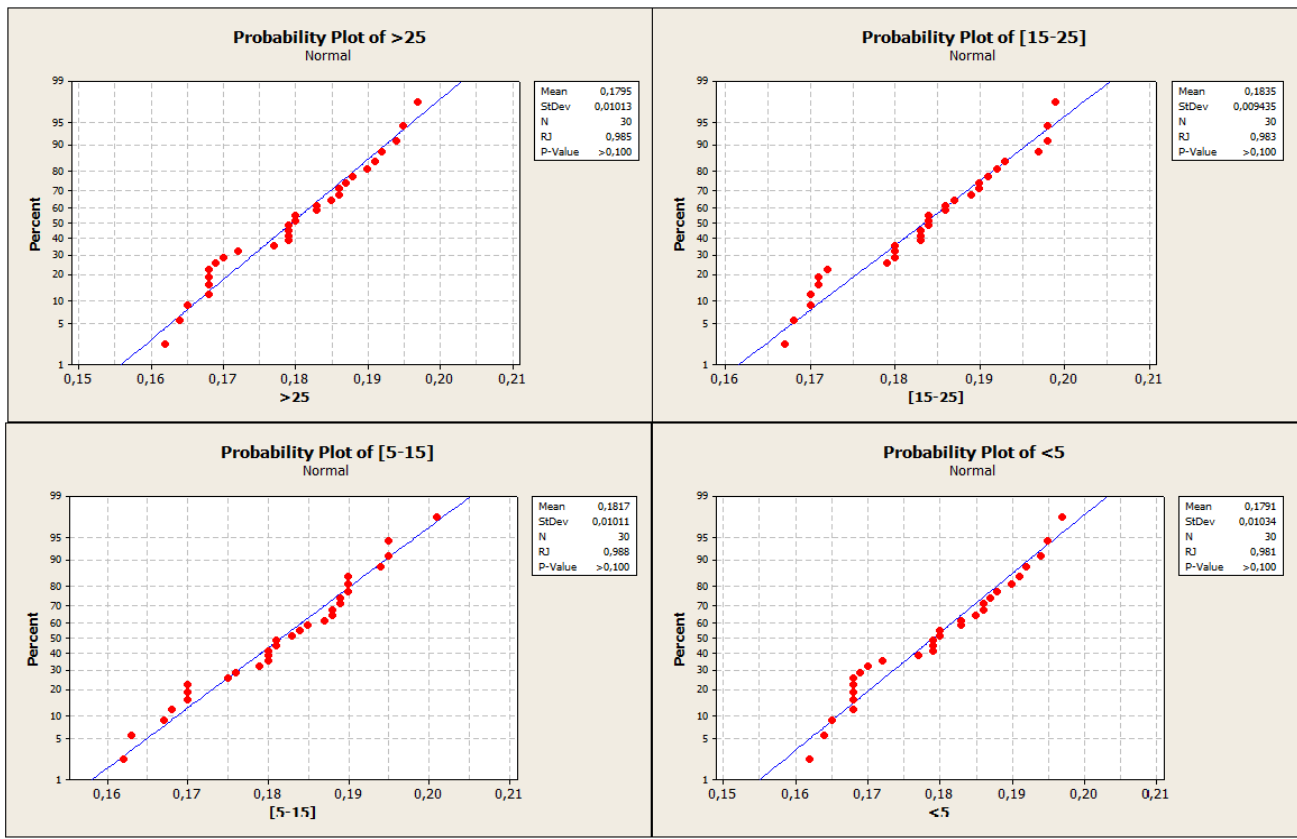


Figure 21 : Représentation graphique de la normalité des résultats de la fluorine pour les différentes tranches du clinker : >25, [15-25], [5-15], <5

Les tableaux (3, 4, 5, 6, 7, 8) permettent d'observer des variations des teneurs journalières pour toutes les tranches {>25,[15-25],[5-15],<5}. Par exemple la teneur en fluorine de la tranche [5-15] varie de 0,162 à 0,201 avec une moyenne de 0,182. La teneur en SO₃ pour la tranche < 5 varie de 1,92 à 2,35 d'une moyenne de 2,13. De même pour les résultats de C₃S, C₂S, C₃A et CaO(Libre). Et ceci nous a amené à vérifier la normalité des résultats obtenus pour chaque tranche avant d'appliquer les autres tests statistiques visés qui représente une condition d'application d'un test paramétrique.

• **Démarche statistique :**

H₀ : la distribution des données est normale

H₁ : la distribution des données n'est pas normale.

D'après les graphes du test de Shapiro-Wilk sur tous les éléments chimiques présents dans les différentes tranches du clinker {>25, [15-25], [5-15], <5}, de SO₃, C₃S, C₂S, C₃A, CaO(Libre) et la



fluorine, on remarque que les valeurs sont bien distribués autour de la droite.

On remarque aussi que **P-value** est **supérieure** à $\alpha = 0,05$ dans tous les éléments existants dans toutes les tranches du clinker $\{>25, [15-25], [5-15], <5\}$.

Donc H_0 est accepté, le test n'est pas significatif \rightarrow La distribution est normale.

b- Evaluation de l'influence du facteur taille(ANOVA-1)

Pour rapprocher les résultats d'analyse du suivi journalier du clinker avec ceux souhaités, on utilise un test statistique l'ANOVA-1 pour chaque élément présent dans le clinker :

En utilisant Excel : On établit la table d'ANOVA à un seul facteur.

↳ Rapport détaillé pour SO_3 :

Groupes	Nbr d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance
>25	30	42,21	1,41	0,002180
[15-25]	30	39,27	1,31	0,001802
[5-15]	30	58,04	1,93	0,004957
<5	30	63,89	2,13	0,016872

Tableau 9 : Résultats estimés du SO_3 dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité	F critique
Entre Groupes	14,349456	3	4,783152	741,233808	1,7921E-75	2,682809
A l'intérieur des groupes	0,748543	116	0,006453			
Total	15,097999	119				

Tableau 10 : L'analyse de la variance pour SO_3

↳ Rapport détaillé pour C_3S :

Groupes	Nbr d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance
>25	30	2329,27	77,64	4,841708
[15-25]	30	2303,78	76,79	3,221172
[5-15]	30	2270,89	75,70	4,624927
<5	30	2244,28	74,81	5,821248

Tableau 11 : Résultats estimés du C_3S dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité	F critique
Entre Groupes	138,42799	3	46,142663	9,97191101	6,7163 E-06	2,682809



A l'intérieur des groupes	536,76261	116	4,627264			
Total	675,19060	119				

Tableau 12 : L'analyse de la variance pour C_3S

↪ **Rapport détaillé pour C_2S :**

Groupes	Nbr d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance
>25	30	91,13	3,04	1,633039
[15-25]	30	106,01	3,53	1,591355
[5-15]	30	118,90	3,96	1,835023
<5	30	110,3	3,68	1,609464

Tableau 13 : Résultats estimés du C_2S dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité	F critique
Entre Groupes	13,48827	3	4,49609	2,696758	0,00491	2,682809
A l'intérieur des groupes	193,39757	116	1,6672204			
Total	206,88584	119				

Tableau 14 : L'analyse de la variance pour C_2S

↪ **Rapport détaillé pour C_3A :**

Groupes	Nbr d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance
>25	30	277,43	9,247667	0,030032
[15-25]	30	281,45	9,381667	0,043394
[5-15]	30	285,6	9,520000	0,036959
<5	30	289,99	9,666333	0,074459

Tableau 15: Résultats estimés du C_3A dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité	F critique
Entre Groupes	2,917409	3	0,9724697	21,044220	5,9093 E-11	2,682809
A l'intérieur des groupes	5,360450	116	0,0462108			
Total	8,277859	119				

Tableau 16 : L'analyse de la variance pour C_3A

↪ **Rapport détaillé pour CaO(L):**



Groupes	Nbr d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance
>25	30	49,78	1,66	0,126434
[15-25]	30	65,94	2,20	0,067830
[5-15]	30	56,33	1,88	0,026846
<5	30	65,14	2,17	0,078012

Tableau 17: Résultats estimés du CaO(L) dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité	F critique
Entre Groupes	5,921549	3	1,973850	26,395210	4,3546 E-13	2,682809
A l'intérieur des groupes	8,674550	116	0,074781			
Total	14,596099	119				

Tableau 18 : L'analyse de la variance pour CaO(L)

↳ Rapport détaillé pour la fluorine :

Groupes	Nbr d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance
>25	30	5,384	0,179467	0,000103
[15-25]	30	5,505	0,183500	8,902E-05
[5-15]	30	5,450	0,181667	0,000102
<5	30	5,373	0,179100	0,000107

Tableau 19: Résultats estimés de la fluorine dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité	F critique
Entre Groupes	0,0003791	3	0,0001264	1,2617836	0,29084	2,6828094
A l'intérieur des groupes	0,0116183	116	0,0001002			
Total	0,0119975	119				

Tableau 20 : L'analyse de la variance pour la fluorine

D'après l'application de l'ANOVA-1, pour qu'un facteur soit significatif, il faut que sa probabilité critique (p-value) reste inférieure à 0,05.

Eléments	SO ₃	C ₃ S	C ₃ S	C ₃ A	CaO(L)	Fluorine
Probabilité trouvé par l'ANOVA-1	1,7921 E-75	6,7163 E-06	0,00491	5,9093 E-11	4,3546 E-13	0,29084
La valeur critique de α	0,05					



Tableau 21 : Résultats estimés de la probabilité pour tous les éléments étudiés

• **Démarche statistique :**

H₀ :les moyennes sont égales.

H₁ :il existe au moins une moyenne différente des autres.

Pour un risque de 5%, la valeur de p-value trouvée pour chaque ANOVA-1 obtenus pour SO₃, C₃S, C₂S, C₃A, CaO(L) est inférieure à 0.05. Donc l'hypothèse d'égalité des moyennes « H₀ » sera rejetée et on accepte l'hypothèse alternative « H₁ » que les moyennes des tranches sont significativement différentes.

→ Nous avons donc conclu que le facteur taille est significatif, il influe sur les résultats journaliers du clinker obtenus pour SO₃, C₃S, C₂S, C₃A, CaO(L).

Et on remarque que : pour un risque de 5%, la valeur de p-value trouvée pour la fluorine est **supérieure** à 0.05. Donc l'hypothèse d'égalité des moyennes « H₀ » sera acceptée.

→ Nous avons donc conclu que le facteur taille n'est pas significatif. Il n'a pas d'influence sur la teneur en fluorine dans toutes les tranches du clinker.

c- **Test de Fisher**

De même, pour qu'un facteur soit significatif, il faut que la valeur de **F obs** trouvée soit supérieure à la valeur **F crit** lue dans la table de Fisher.

$$F_{\text{crit}}(k-1, N-k, 1-\alpha) = F_{\text{crit}}(3, 116, 0.05) = 2,69$$

Eléments	SO ₃	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	CaO(L)	Fluorine
F obs	741,233808	9,97191101	2,696758	21,044220	26,395210	1,2617836
F crit	2,69					

Tableau 22 : Résultats du Test de Fisher pour tous les éléments étudiés

• **Démarche statistique :**

H₀ :les variances ne sont pas significativement différentes

H₁ :Les variances sont significativement différentes

Pour un risque de 5%, la valeur **F obs** trouvée de chaque élément chimique présent dans le clinker est **supérieure** à la valeur **F crit** lue dans la table de Fisher : donc les variances sont significativement différentes. → Nous avons conclu que le facteur taille influe sur la teneur en :



SO₃, C₃S, C₂S, C₃Aet la chaux libre dans toutes les tranches du clinker. Par contre, on remarque que pour un risque de 5%, la valeur **F obs** trouvée pour la fluorine est **inférieure** à la valeur **Fcrit**. Donc les variances ne sont pas significativement différentes.

→ Nous avons donc conclu que les variances restent égales lorsqu'on fait varier le facteur en question (le facteur taille) et que ce dernier n'a pas d'influence sur la teneur en fluorine dans toutes les tranches du clinker.

Après avoir conclu que le facteur taille influe sur les résultats des éléments existants dans le clinker, nous avons cherché la taille la plus fréquente dans l'ensemble des tranches.

d- Etude des pourcentages granulométriques de chaque tranche

Après une série d'analyse effectuée sur les différentes tranches du clinker, nous avons obtenu les résultats concernant les pourcentages de chaque tranche du clinker. Le tableau suivant regroupe les résultats obtenus durant la période allant du 24 Mars au 22 avril 2014.

Date \ tr. (mm)	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	14%	18%	39%	29%
25/03/14_10h	20%	15%	40%	25%
26/03/14_10h	9%	13%	40%	32%
27/03/14_10h	24%	15%	30%	31%
28/03/14_12h	19%	21%	28%	32%
31/03/14_10h	14%	16%	40%	30%
01/04/14_10h	5%	6%	63%	26%
02/04/14_10h	7%	10%	46%	37%
02/04/14_12h	10%	12%	49%	10%
03/04/14_10h	9%	4%	36%	14%
04/04/14_12h	5%	6%	29%	20%
07/04/14_10h	9%	16%	40%	35%
08/04/14_10h	10%	17%	53%	20%
09/04/14_10h	11%	15%	43%	31%
09/04/14_14h	15%	13%	44%	28%
10/04/14_10h	18%	13%	38%	31%
11/04/14_11h	12%	20%	38%	30%
14/04/14_11h	22%	21%	48%	9%
15/04/14_10h	20%	19%	51%	10%
15/04/14_12h	10%	18%	53%	19%
16/04/14_10h	14%	11%	40%	35%
16/04/14_12h	20%	19%	33%	28%
17/04/14_08h	15%	19%	42%	24%
17/04/14_10h	12%	20%	46%	22%
17/04/14_12h	18%	19%	39%	24%
18/04/14_12h	19%	18%	42%	21%
18/04/14-12H	15%	13%	43%	29%



18/04/14-14H	14%	15%	39%	32%
21/04/14-10H	10%	17%	51%	22%
22/04/14-10H	6%	18%	56%	20%
Min	14%	15%	43%	25%
Max	14%	18%	39%	29%
Moyenne	20%	15%	40%	25%

Tableau 23 : Pourcentages granulométriques des quatre tranches du clinker

Les résultats du tableau ci-dessus sont représentés graphiquement dans la figure n°22 afin de faciliter l'analyse et l'interprétation des données. On obtient un graphe qui représente la variation du pourcentage granulométrique des différentes tranches du clinker.

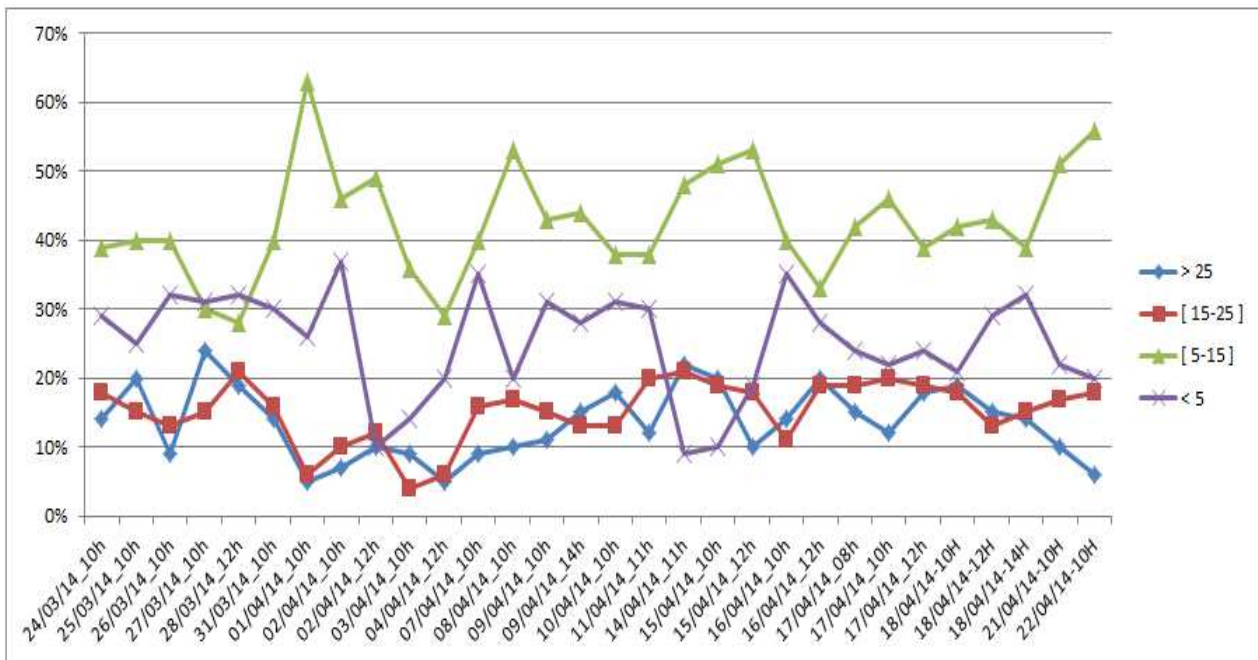


Figure 22: Variation du pourcentage granulométrique des différentes tranches du clinker

D'après la courbe basée sur les résultats journaliers, il s'avère que la tranche du clinker [5-15] est la partie dominante. Le plus gros pourcentage de moyenne 40%. De ce fait, la première condition pour effectuer une analyse sur un échantillon de clinker taille [5-15] est validée.

e-

Evaluation et comparaison de la moyenne des résultats d'analyse du clinker avec celle définie par le laboratoire (test de Student)

On utilise un test statistique pour comparer la moyenne du suivi journalier du clinker de différentes tranches avec celle de la référence définie par le laboratoire. Les résultats de ce test de Student sont regroupés dans le tableau n°24 suivant :



Eléments	Tranches	Xm	Référence	Xm-R	Variance S ²	Nbr d'échantillon	Racine (S ² /n)	t calculé	t critique
SO ₃	>25	1,41	1,94	0,53	0,0022	30	0,0085	62,17	2,0452
	[15-25]	1,31		0,63	0,0018	30	0,0078	81,29	
	[5-15]	1,93		0,01	0,0050	30	0,0129	0,78	
	<5	2,13		0,19	0,0169	30	0,0237	8,01	
C ₃ S	>25	77,64	75,75	1,89	4,8417	30	0,4017	4,70	2,0452
	[15-25]	76,79		1,04	3,2212	30	0,3277	3,17	
	[5-15]	75,7		0,05	4,6249	30	0,3926	0,13	
	<5	74,81		0,94	5,8212	30	0,4405	2,13	
C ₂ S	>25	3,04	4,16	1,12	1,6330	30	0,2333	4,80	2,0452
	[15-25]	3,53		0,63	1,5914	30	0,2303	2,74	
	[5-15]	3,96		0,2	1,8350	30	0,2473	0,81	
	<5	3,68		0,48	1,6095	30	0,2316	2,07	
C ₃ A	>25	9,25	9,55	0,30	0,0300	30	0,0316	9,56	2,0452
	[15-25]	9,38		0,17	0,0434	30	0,0380	4,43	
	[5-15]	9,52		0,03	0,0370	30	0,0351	0,85	
	<5	9,67		0,12	0,0745	30	0,0498	2,34	
CaO(L)	>25	1,66	1,92	0,26	0,1264	30	0,0649	4,00	2,0452
	[15-25]	2,2		0,28	0,0678	30	0,0475	5,89	
	[5-15]	1,88		0,04	0,0268	30	0,0299	1,34	
	<5	2,17		0,25	0,0780	30	0,0510	4,90	

Tableau 24 : Résultats de comparaison de la moyenne de chaque élément du clinker avec celle de référence

*** Démarche statistique :**

H₀ : les deux moyennes sont égales.

H₁ : les deux moyennes sont significativement différentes

Pour un risque de 5% et un degré de liberté de 29, la valeur critique lue dans la table de Student est de : **2.0452**

Pour calculer la statistique t on procède comme suit :



$$t_{cal} = \frac{Xm - R}{S / \sqrt{N}}$$

Avec: Xm : La moyenne des résultats du suivi journalier de chaque tranche du clinker.

R est la valeur de référence définie par le laboratoire.

S : l'écart type ; **n** : le nombre d'échantillon

Pour tous les éléments SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A , $CaO(L)$, et pour un risque de 5%, on

remarque que $t_{calculé}$ pour la tranche **[5-15]** du clinker est inférieure à $t_{critique}$.

Donc on accepte l'hypothèse H_0 d'égalité des moyennes c'est-à-dire que la moyenne Xm et la référence R ne sont pas significativement différentes.

Par contre pour les tranches du clinker $\{>25 ; [15-25] ; <5\}$ on constate que $t_{calculé} > t_{critique}$

dans tous les éléments chimiques: Sulfate SO_3 , l'alite-Silicate tricalcique (C_3S), Silicate

bi-calcique (C_2S), l'aluminate tricalcique (C_3A) et la chaux libre $CaO(L)$. Donc on rejette

l'hypothèse H_0 d'égalité entre les moyennes et la valeur de référence et on accepte l'hypothèse alternative H_1 où les moyennes sont significativement différentes et le test est significatif.

Cela confirme les résultats trouvés précédemment du pourcentage granulométrique du clinker, dont nous avons montré que la tranche [5-15] est la plus dominante des quatre tranches, donc l'étude de l'écart à la moyenne nous a aidé effectivement pour prendre la bonne décision en terme de choix de l'échantillon le plus représentatif de la majorité du clinker correspondant à la tranche **[5-15]**.

5. Conclusion

En conclusion de cette partie expérimentale, nous avons effectué la granulométrie du clinker après sa cuisson et les grains issus de la clinkérisation sont répartis en trois parties contenant quatre tranches.

Suite à une vérification du facteur taille sur les résultats journaliers du clinker, nous avons réalisé une étude granulométrique de ces différentes tranches. Par spectrométrie de fluorescence-X, nous avons étudié la composition chimique des différents éléments (SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A , $CaO(L)$) et nous avons constaté que cette composition varie d'une tranche à l'autre, par contre la teneur en fluorine ne varie pas avec le facteur taille. D'après la courbe basée sur les résultats journaliers, il s'est avéré que la tranche [5-15] est la partie dominante (le plus gros pourcentage). Ce résultat était convenable avec l'hypothèse choisie par le laboratoire.



Le traitement statistique effectué nous a permis de conclure une conformité entre la moyenne des résultats obtenus pour la tranche [5-15] et celle de référence définie par le laboratoire. La tranche [5-15] est donc l'échantillon le plus représentatif que nous pouvons utiliser pour les analyses journalières du clinker.

Conclusion Générale

Le ciment est un matériau artificiel issu de la combinaison de plusieurs matières premières qui constituent «le cru» (Calcaire ; Argile ; Schiste et minerai de fer). Après être broyé, le cru est par la suite cuit dans un four rotatif de température maximale de 1450°C pour former le « Clinker ». Le clinker et les ajouts (calcaire ; gypse) sont broyés pour former le produit final qui est le ciment.

La granulométrie du clinker est effectuée après sa cuisson. Les grains issus de la clinkérisation sont répartis en trois parties contenant quatre tranches. Notre étude avait pour objectif de chercher l'échantillon optimal parmi les quatre tranches afin de gagner le temps et réduire la marge d'erreur lors de l'analyse du clinker qui représente le ciment à son état pur.

Après une présentation de la société HOLCIM Maroc, nous avons développé une partie théorique sur le ciment et son procédé de fabrication suivi par le travail expérimental que nous avons réalisé, dont nous avons effectué une analyse par spectrométrie de fluorescence-X et un traitement statistique sur tous les éléments chimiques présents dans le clinker, ce qui nous a permis de conclure que l'échantillon le plus représentatif de la majorité du clinker et que nous pouvons utiliser pour les analyses journalières au sein du laboratoire d'HOLCIM est celui de taille [5-15].

Dans le cas où l'intervalle est mal choisi, il y aura certainement des problèmes de qualité qui peuvent passer inaperçus et apparaître ultérieurement et ils auront un impact sur la qualité du produit final (le ciment). Donc il faut les détecter au bon moment d'où l'importance du bon choix d'intervalle (l'échantillon représentatif de l'ensemble du clinker).

Le clinker doit subir un contrôle strict et rigoureux ; de ce fait, cette étude granulométrique que nous avons réalisée fait l'objet d'un autre travail à faire par la suite qui sera l'étude de la répartition de tous les éléments chimiques présents dans les différentes tranches du clinker.