



Licence Es-Sciences et Techniques (LST)

**TECHNIQUES D'ANALYSE CHIMIQUE ET  
CONTROLE DE QUALITE  
(TACCQ)**

**PROJET DE FIN D'ETUDES**

**EVALUATION DES POUZZOLANES DANS LE CIMENT  
SELON LA PROCEDURE DU GROUPE HOLCIM**

**Présenté par :**

◆ Souad MALIANI

**Encadré par :**

◆ Mr Ahmed M'HAMDI (HOLCIM Oujda)

◆ Pr Hamid WAHBI

**Soutenu Le 17 Juin 2010 devant le jury composé de:**

- Pr H. WAHBI
- Pr K. MISBAHI
- Pr A. LHASSANI

**Stage effectué à HOLCIM Oujda**

**Année Universitaire 2009 / 2010**

# SOMMAIRE

Dédicace .....	i
Remerciement .....	ii
Introduction .....	iii

## **Chapitre I : Présentation de HOLCIM et procédé de fabrication de ciment** .....

<b>ciment</b> .....	1
<b>I- HISTORIQUE DE HOLCIM MAROC</b> .....	2
<b>SITE DE HOLCIM AU MAROC</b> .....	3
<b>ACTIVITE PRINCIPALE DE HOLCIM MAROC</b> .....	3
<b>II-GENERALITE SUR HOLCIM OUJDA</b> .....	4
1. site de l'usine .....	4
2. les services .....	4
<b>III- PROCEDE DE FABRICATION DU CIMENT PORTLAND</b> .....	5
1. historique de ciment .....	5
2. définition de ciment .....	6
3. les constituants de ciment .....	6
a) matière premières .....	6
b) le clinker .....	6
c) les matières ajoutés .....	7
4. le circuit de fabrication du ciment portland .....	7
5. les catégories du ciment .....	11

## **Chapitre II : Le service contrôle qualité** .....

<b>A- Service contrôle qualité</b> .....	13
<b>I- les types des analyses effectués</b> .....	13
<b>II. Proportion de matière premier</b> .....	14
1. taux de saturation en chaux (lime saturation factor) : LSF .....	14
2. module silicique : MS .....	14
3. module aluminoferrique : MAF .....	14
<b>B- Les analyses chimiques</b> .....	14

1. préparation de l'échantillon pour les analyses.....	14
a) Réception du matériau .....	15
b) prélèvement .....	15
c) séchage .....	15
d) prélèvement d'un témoin .....	15
e) concassage .....	15
f) Echantillonnage.....	15
g) Surbroyage.....	15
2. le taux d'humidité .....	15
3. perte au feu .....	16
4. Analyse par rayon fluorescents (RX).....	17
5. la chaux libre .....	18
6. dosage chlorure .....	18

### ***C- les analyses physiques*** .....19

1. Utilisation du tamiseur à courant d'air.....	19
2. Analyse granulométrique des matières à l'état brute.....	19
3. la surface spécifique de Blaine.....	21
5. mesure de résistance.....	22
6. stabilité (expansion à chaud).....	22

## **Chapitre III : Evaluation des pouzzolanes dans le ciment selon la procédure du groupe HOLCIM** .....24

### **I. GENERALITES** ..... 25

1. Définition de la pouzzolane .....	25
2. Types de pouzzolane.....	25
3. Le rôle principal de la pouzzolane dans la fabrication de ciment.....	26

### **II- Expérimentation**.....26

1. Préparation des matériaux .....	27
2. analyse chimique .....	27

### **III- Etude de la réactivité des pouzzolanes** ..... 29

1. Détermination de la SiO <sub>2</sub> réactive.....	29
a) protocole expérimentale .....	29
b) Détermination du résidu insoluble .....	29
c) détermination de la teneur en silice du résidu.....	30
d) détermination de la teneur en silice de la cendre volante.....	30
e) calcul de la teneur en silice .....	30

**IV. indice de condition de l'eau .....31**

- 1. Formulation des mortiers ..... 32
- 2. Confection des éprouvettes..... 34
- 3. Indice de réactivité de Pouzzolane ..... 35

***V. Conclusion..... 36***

***Conclusion générale ..... 37***

***Bibliographie ..... 38***



## DEDICACE

*A mon père et à ma mère*

*Aucune dédicace ne saurait exprimer mon attachement, mon amour, mon affection, je vous offre cet humble travail en témoignage de tous les sacrifices et de l'immense tendresse dont vous m'avez toujours comblée.*

*A mes sœurs, mes frères, mes neveux et ma nièce.*

*Que ce travail soit le gage de mon amour fraternel pour chacun de vous.*

*A toute ma famille.*

*A mes chers ami(e)s que Dieu vous garde et vous protège, je vous dédie ce travail comme nouveau gage d'amitié.*

*A tous mes camarades de ma promotion de la licence technique d'analyse chimique et contrôle qualité (TACCQ).*

*A tous mes enseignants, licence TACCQ.*

## Remerciement

*Ce travail est effectué au sein du service de qualité de la société Holcim Maroc(Oujda). Au terme de ce modeste travail, je tiens à présenter mes sincères remerciements :*

*☞ A Monsieur M. KREMER le directeur de Holcim d'Oujda, de m'avoir donné la chance d'effectuer mon contrat de professionnalisation dans son entreprise.*

*☞ A Monsieur Mr. A. M'HAMDI, responsable du contrôle qualité de m'avoir suivi tout au long de cette expérience professionnelle, avec beaucoup de patience et de pédagogie.*

*☞ A mon respectueux encadrant Monsieur H.WAHBI Professeur à la Faculté du Sciences et Techniques de Fès pour son accueil, son aide et son soutien quotidien.*

*☞ Que Messieurs K. MISBAHI, A. LHASSANI, reçoivent aussi mes remerciements pour m'avoir honoré de faire partie de mon jury.*

*☞ Je tiens aussi à remercier très chaleureusement Mr J. ALLA, superviseur du laboratoire, et messieurs M. JABRI, H. JAMAL, M.SAHBI, M. MOHAMMADINE, BOUMADIEN, D. EL HASSANE, SADIKE et à l'ensemble du personnel de l'usine Holcim Oujda pour la bonne ambiance que j'ai tant appréciée, leurs aide et leurs efforts déployés en notre faveur.*

*☞ Je voudrais remercier aussi le stagiaire B. MIMOUNE pour l'aide inconditionnel qu'il m'a apporté durant ce stage.*

*☞ Enfin, je n'oublierai pas d'exprimer ma reconnaissance pour tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail*

## **Introduction Générale**

**L'industrie du ciment est une industrie de base, elle se situe à la source du développement économique. De son principal dérivé, le béton, dépend tout l'équipement d'un pays : logement, écoles, ponts, barrages, routes, etc.**

**C'est aussi une industrie lourde, du fait qu'elle traite une grande masse de matières premières, de faible valeur initiale pour aboutir à un produit également d'un faible prix mais dans des installations d'un cout extrêmement élevé.**

**Comme la croissance économique et démographique dans les nouveaux pays industrialisés, implique une grande consommation de matériaux de construction et notamment ceux du ciment ; HOLCIM Oujda, s'est considérablement développée ces dernières années.**

**En effet, cette industrie de ciment exige un contrôle physicochimique important aux différents stades de la fabrication, depuis la matière première jusqu'au produit fini.**

**Ce rapport de stage de fin d'étude sera divisé en 3 chapitres :**

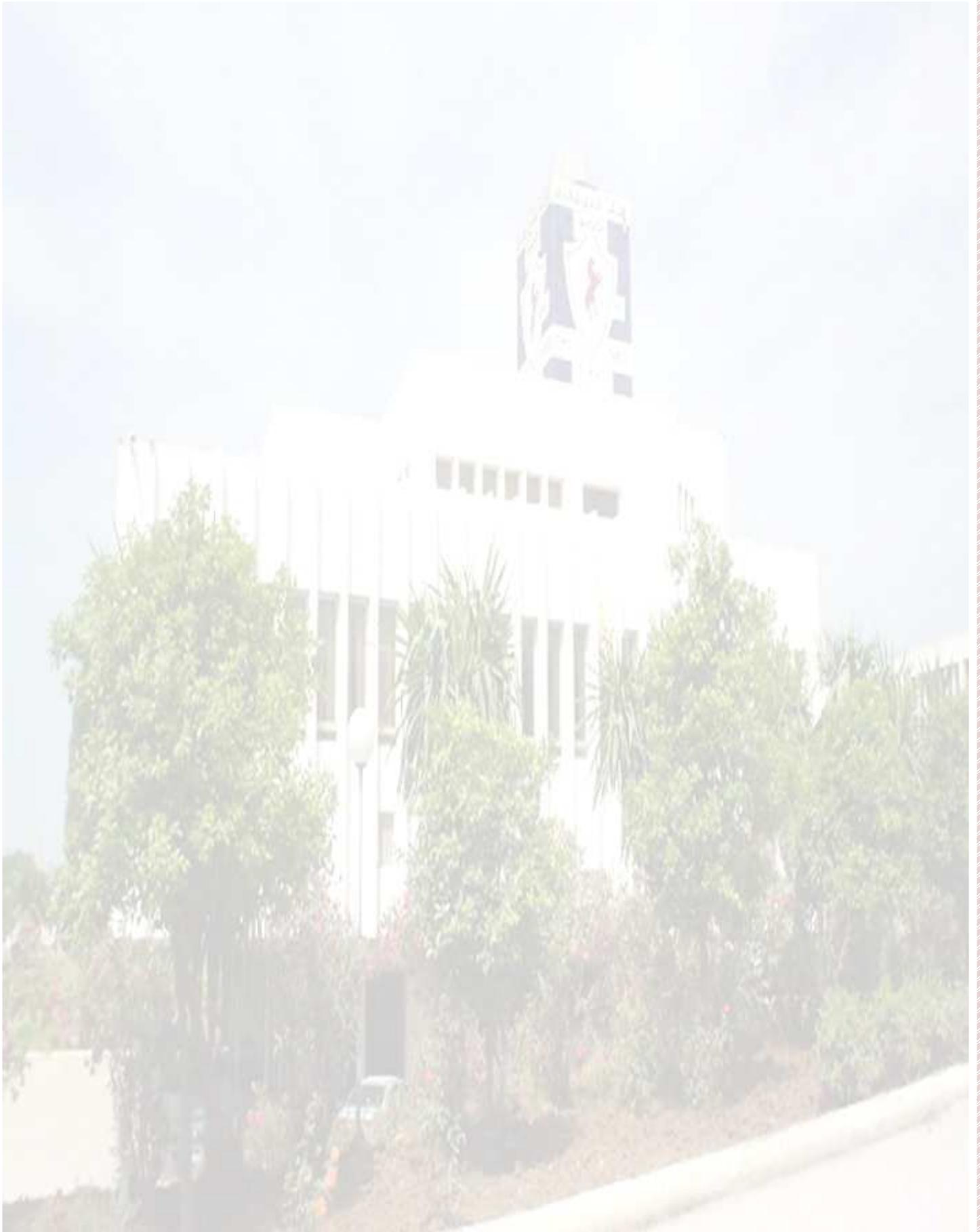
**Le premier concerne une présentation de l'entreprise ainsi que le circuit de fabrication du ciment.**

**Le deuxième traite certaines analyses physicochimiques, effectuées dans le laboratoire. Le troisième chapitre traite l'évaluation des différents types de pouzzolane dans le ciment selon la procédure du groupe HOLCIM, toute en mettant en valeurs tous les biens faits de cet ajout.**

# Chapitre I

*- PRÉSENTATION DE HOLCIM.*

*- PROCÉDÉ DE FABRICATION DU CIMENT.*



## **I/ HISTORIQUE DE HOLCIM MAROC :**

En 1972 le gouvernement marocain et algérien décident de construire une cimenterie à Oujda, sous le nom de la cimenterie maghrébine (CIMA). Son capital social est de 75 millions de dirhams, réparti à égalité entre l'office pour le développement industriel marocain (ODI) et la société national des matériaux de construction algérien (SNMC). Le projet CIMA fut mis en veilleuse et placé sous administration provisoire à cause du retrait algérien de l'opération en 1975.

En 1976, l'ODI crée une société nouvelle dénommée cimenterie de l'oriental (CIOR) qui reprend les actifs de la CIMA avec pour objet la réalisation d'une cimenterie dans la région d'Oujda.

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 par an.

1982, installation à Casablanca d'un centre d'ensachage d'une capacité de 350 000 tonnes par an

1985, création de ciments blancs du Maroc à Casablanca.

1990, début des travaux pour la réalisation d'une ligne complète de production de clinker à Fès avec l'installation d'une première centrale à béton à Fès.

1993, démarrage de l'unité de Fès portant la capacité de production globale à 1,9 million de tonnes par an.

Prise de contrôle majoritaire du capital de la CIOR par holcim dans le cadre du programme de privatisation.

1997, installation d'une centrale à béton à rabat et d'une autre à Casablanca.

1999, construction d'une seconde centrale à béton à Casablanca, mise en service d'un centre de broyage et d'ensachage à Nador.

Mise en service des installations de valorisation de combustibles de substitution à l'usine de Fès Ras El Ma, d'une troisième centrale à béton et d'une autre à Nador.

2001, certification ISO 9001 et ISO 14 001 de la cimenterie de Fès.

2002, changement de l'identité visuelle: CIOR devient HOLCIM Maroc. Démarrage de la nouvelle activité granulats (Benslimane). Début des investissements relatifs à la rationalisation du dispositif industriel de Fès.

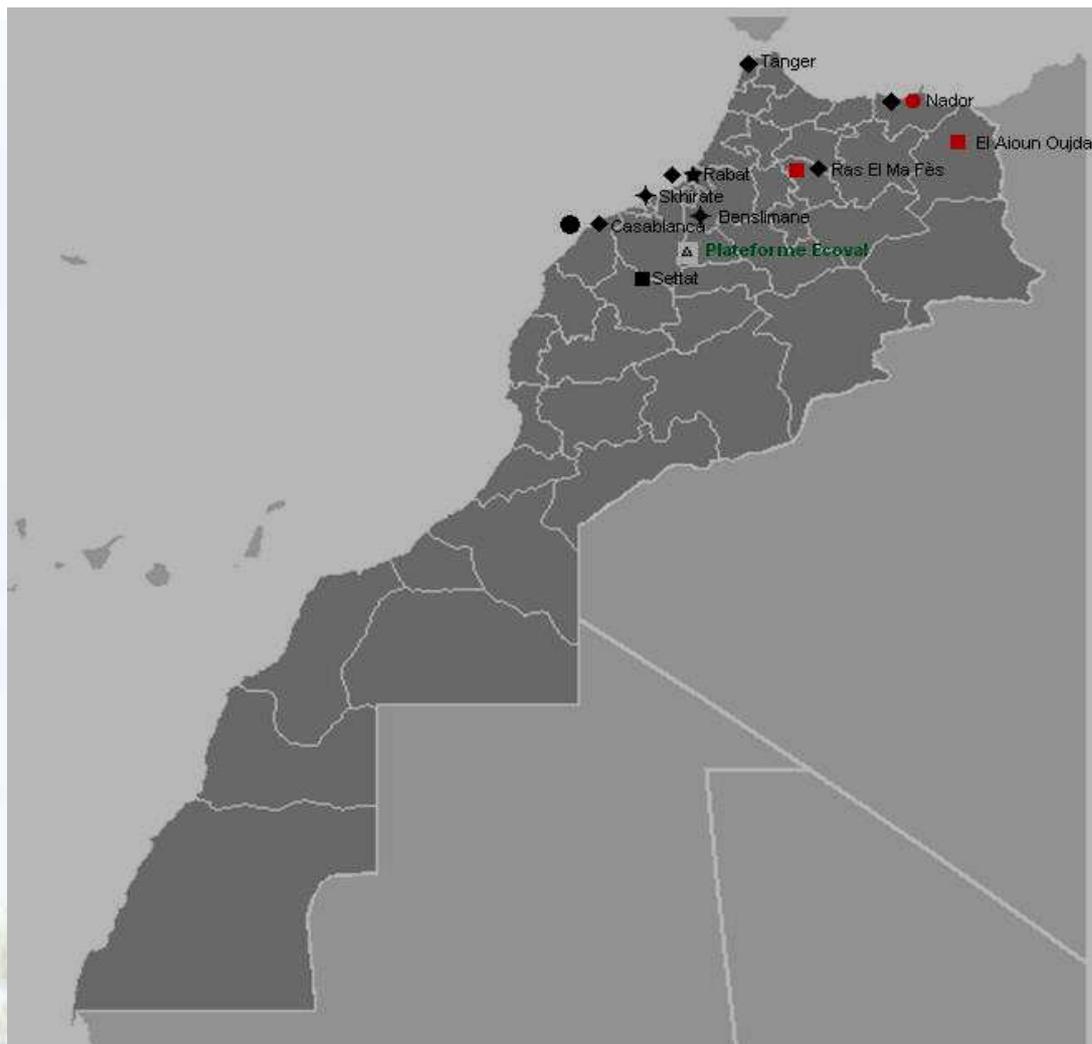
Certification ISO 9001 et ISO 14 001 de la cimenterie d'Oujda.

2007, démarrage de la cimenterie de Settât de la plateforme de prétraitement de déchets Ecoval.

2008, Lancement du projet de doublement de capacité de production de l'usine de Fès. Certification ISO 9001 et ISO 14 001 du centre de Nador.

### **SITE DE HOLCIM AU MAROC :**

La société HOLCIM de Maroc est présente dans certaines villes du Maroc, comme Oujda, Fès, Settât, Nador, Tanger.



■: cimenterie

▲: usine de broyage

◆: siège social

### **ACTIVITE PRINCIPALE DE HOLCIM MAROC :**

#### **➤ Ciment**

Holcim Maroc exploite trois cimenteries (Oujda, Fès et Settat), un centre de broyage, d'ensachage et de distribution (Nador) et un centre d'ensachage et de distribution (Casablanca).

#### **➤ Bétons**

Holcim Bétons, filiale à 100% de Holcim Maroc, est présente sur le marché de l'Oriental, du Centre et du Centre-Nord avec 10 centrales (Fès, Nador, Settat, 2 à Rabat, 2 à Tanger, et 3 à Casablanca).

Holcim Bétons propose une gamme de bétons répondant aux attentes de ses clients (bétons normalisés et bétons spéciaux) et propose également un éventail de services allant de la livraison, au pompage ainsi que l'assistance technique dans le choix du béton, le dimensionnement et la mise en œuvre.

#### **➤ Ecoval - Traitement de déchets**

La plateforme de prétraitement de déchets Ecoval a démarré ses activités en juin 2007 dans la région d'El Gara à 40 km de Casablanca. Filiale à 100% de Holcim Maroc, Ecoval comprend différents ateliers de prétraitement et de reconditionnement des déchets industriels en fonction de leurs caractéristiques et de leur nature.

## II/ GENERALITE SUR HOLCIM OUJDA :

### 1. Site de l'usine :

Le site de l'Usine d'Oujda se trouve à 45 km à l'ouest d'Oujda, à proximité de la route principale Oujda-Casablanca, et à 15 km de localité d'EL-Aïoun.

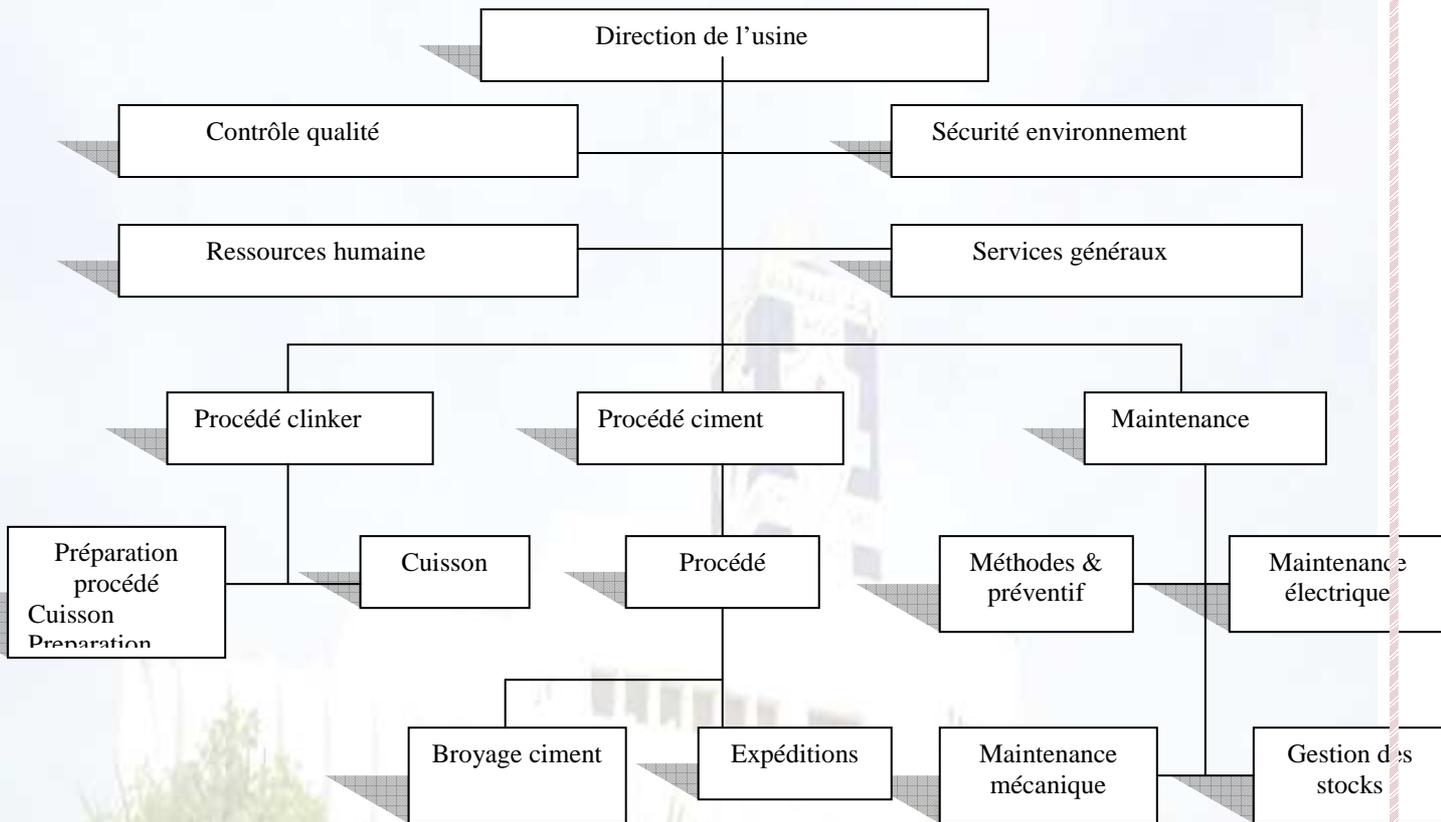
Ce site est déjà choisit en prenant en considération la satisfaction de besoin en matières premières en grande quantité qui permet à l'usine HOLCIM d'Oujda la production de 1500000 t/an.

### 2. Les Services :

Au sein du centre Oujda, coopèrent plusieurs services qui ont le souci d'offrir au client un meilleur service et un produit de haute qualité, ces différents services sont les suivants:

- **Service de production** : Ce service a pour rôle la production des différents produits de Holcim (Maroc) à savoir le CPJ 35, le CPJ 45 et le CPJ 55...
- **Service de contrôle de qualité** : Holcim (Maroc) est très soucieuse de la qualité de ces produits, ce qui explique que ce service revêt une très grande importance au sein du Centre Oujda, ce service a pour mission principale le contrôle de la qualité du produit fini à savoir la finesse du ciment et sa densité.
- **Service Commercial** : Le service commercial régional est une structure qui prend en charge la gestion et le traitement des opérations de vente des produits de la société, et ainsi répond aux commandes des clients de Holcim.

## ORGANIGRAMME HIÉRARCHIQUE DE L'USINE D'OUJDA



### III/ PROCEDE DE FABRICATION DU CIMENT PORTLAND :

#### 1. Historique de ciment :

Le ciment est inventé au premier lieu par les Egyptien, puis il a été amélioré par les civilisations suivantes par l'ajout de la chaux à l'argile. Les Grecs d'Italie le renforcèrent avec des cendres pouzzolaniques.

Le ciment est un liant, souvent une chaux, additionnée d'adjuvant comme les tuiles ou les briques concassées, dont l'argile possède des propriétés hydrauliques. La pouzzolane pourrait être aussi très utilisée comme adjuvant.

1824, **Joseph Aspdin**, un maçon et maçon à Leeds, en Angleterre, a pris un brevet sur un ciment hydraulique qu'il a appelé **ciment portland** parce que sa couleur ressemblait à la pierre extraite sur **l'île de Portland** au large de la côte de la Colombie.

1846 : en France, la 1ère usine de ciment est créée à Boulogne-sur-Mer. Lafarge fabrique du ciment à partir de 1868 sur son site du Teil dans l'Ardèche

1913 : naissance de la première cimenterie au Maroc d'une capacité de 20000 tonnes par an. Le premier four rotatif ne sera installé qu'en 1930.

#### 2. Définition de ciment :

Les Ciments Portland sont des liants hydrauliques composés principalement de silicates de calcium hydrauliques qui font prise et durcissent en vertu d'une réaction chimique à l'eau appelée hydratation. Lorsqu'on ajoute la pâte (ciment, air et eau) aux granulats (sable et gravier, pierre concassée ou autre matériau granulaire), elle agit comme une colle et lie ensemble les granulats pour former une masse semblable à de la pierre, le béton.

### 3. Les constitutions du ciment :

#### a. *Matières premières :*

- **Calcaire :**

Substance minérale caractérisée par une composition chimique dans laquelle prédomine le carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), souvent d'origine organique (calcaires à foraminifères dont la craie, calcaires coquilliers), mais aussi d'origine minérale (calcite, calcaire oolithique, pisolithique, lithographique). Les roches calcaires sont inégalement résistantes, plus ou moins perméables, et susceptibles d'être attaquées par dissolution si l'eau qui les baigne est riche en gaz carbonique.

- **Argile :**

C'est une Terre blanchâtre, douce au toucher, composée principalement de silice et d'alumine, elle est composée d'au moins 50% de ces minéraux. Les minéraux argileux sont des silicates d'aluminium.

#### b) *le clinker :*

Le clinker est un constituant qui sert à la fabrication du ciment, entrant lui-même dans la liste des constituants du béton. Il se présente sous la forme de nodules durs et cristallisés, de teinte gris foncé pour les ciments habituels et verte pour le clinker de ciment blanc.

- **La composition des clinkers gris** est représentée par quatre grandes phases cristallines caractéristiques de la chimie du ciment. Elles sont en moyenne les suivantes:

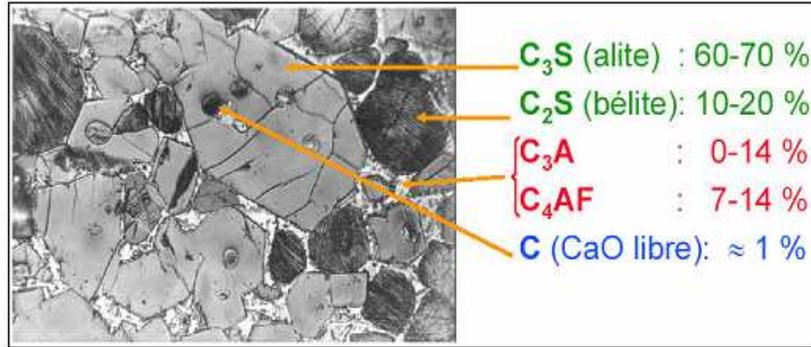
- \*  $\text{Ca}_3\text{Si}$ : Silicate tricalcique ( $\text{SiO}_2 - 3 \text{CaO}$ ) : 50 à 65% (Alite :  $\text{C}_3\text{S}$ )

- \*  $\text{Ca}_2\text{Si}$ : Silicate bi-calcique ( $\text{SiO}_2 - 2 \text{CaO}$ ) : 15 à 20% (Belite :  $\text{C}_2\text{S}$ )

- \*  $\text{Ca}_3\text{Al}$ : Aluminate tricalcique ( $\text{Al}_2\text{O}_3 - 3\text{CaO}$ ) : 5 à 15% (aluminate :  $\text{C}_3\text{A}$ )

- \*  $\text{Ca}_4\text{AlFe}$ : Ferro-aluminate tétra-calcique ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \text{Fe}_2\text{O}_3 - 4 \text{CaO}$ ) : 5 à 10% (ferrite :  $\text{C}_4\text{AF}$ )

La composition minéralogique du clinker obtenu après cuisson des matières crues est fonction de la composition du mélange, de la température, du combustible utilisé, du temps de cuisson et des conditions de refroidissement (trempe à l'air).



Micrographie de clinker montrant ses quatre cristallines principales  
(Source : Ciments Calcia)

### c) Les matières ajoutées :

#### ✓ Pouzzolane

C'est une roche naturelle d'origine volcanique, elle possède une structure alvéolaire, elle est généralement de couleur rouge, noir, gris ...

La pouzzolane est à la base de fabrication de certains ciments.

#### ✓ Gypse

Le **gypse** est une espèce minérale composée de sulfate de calcium hydraté, de formule  $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ . Dans la nature, en formation sédimentaire, il peut être accompagné par des impuretés minérales comme l'argile et la silice. La Mine de Naica permet de voir des cristaux géants de ce minéral dépassant 11m de long.

#### ✓ Calcaire

### 4. le circuit de fabrication du ciment portland :

La fabrication du ciment se distingue en six étapes principales :

#### ❖ *l'extraction*

L'extraction consiste à extraire les matières premières à partir de carrières naturelles à ciel ouvert. Ces matières premières sont extraites des parois rocheuses par abattage à l'explosif. La roche est acheminée par des bandes transporteuses vers un atelier de concassage. Les matières premières doivent être échantillonnées, cette prise d'échantillons permet de déterminer la quantité des différents ajouts nécessaires.

#### ❖ *la pré-homogénéisation*

La phase de pré-homogénéisation consiste à créer un mélange homogène. Cette opération peut être réalisée: soit dans un hall où on obtient le mélange homogène, soit dans un silo vertical par brassage par air comprimé.

#### ❖ *le séchage et le broyage*

Le séchage et le broyage sont l'étape visant à favoriser les réactions chimiques ultérieures. Les matières premières sont séchées et broyées très finement (de l'ordre du micron) dans des broyeurs à boulets.

On distingue quatre types principaux de "voies" en fonction du type de préparation :

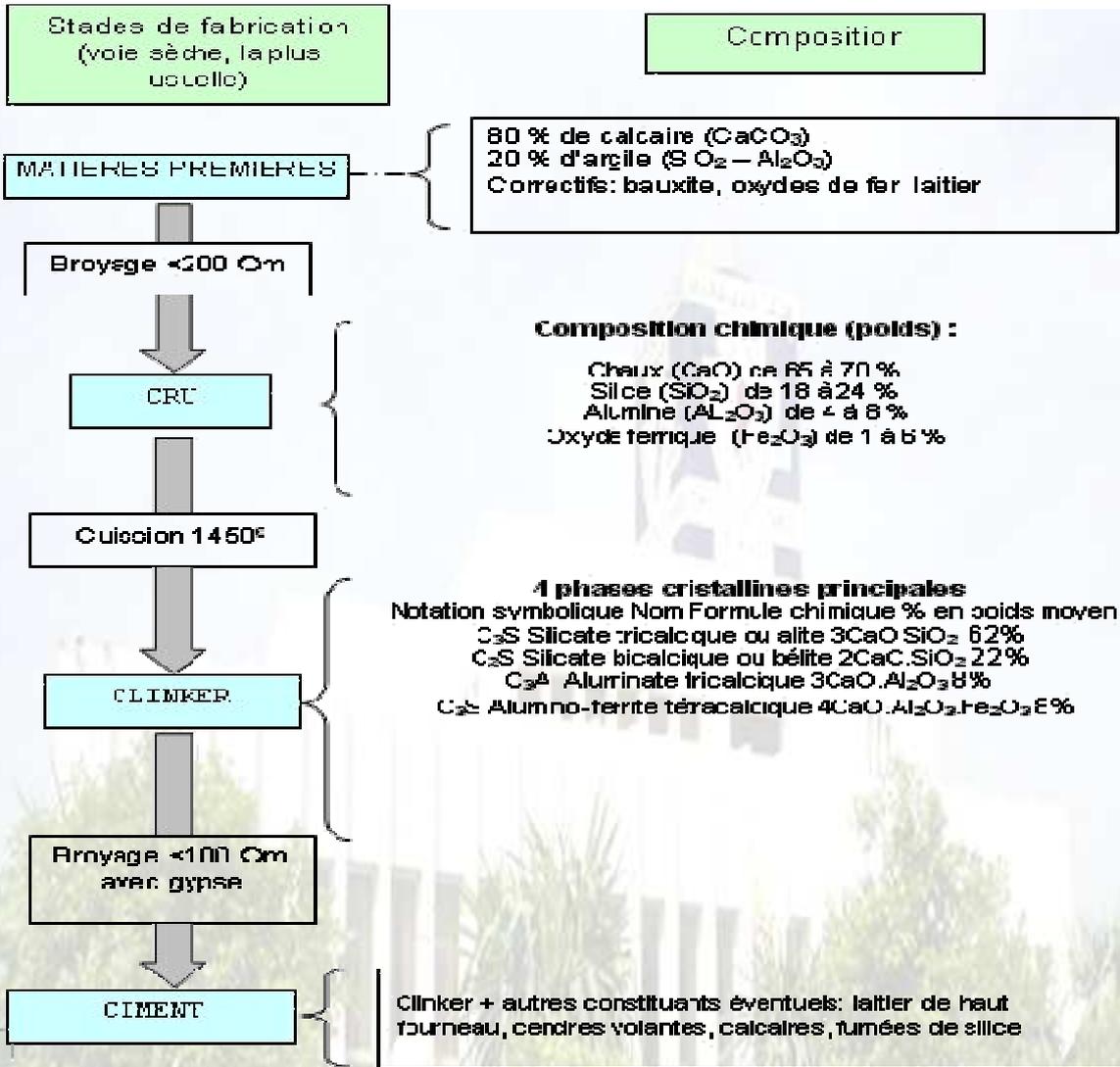
- la voie humide : c'est la technique la plus ancienne. Elle est aussi la plus gourmande en énergie, nécessaire à l'évaporation de l'excédent d'eau.
- La voie semi-humide : La pâte obtenue, de la même manière que dans le procédé de la voie humide, est débarrassée d'une grande partie de son eau par filtration avant son introduction dans le four.

Dans les deux techniques suivantes, les matières premières sont parfaitement homogénéisées et séchées sous forme de « cru » ou « farine ».

- la voie sèche : la farine est introduite directement dans le four sous forme pulvérulente, après un préchauffage dans une tour à échangeurs thermiques.
- La voie semi-sèche : avant introduction dans le four, la farine est transformée en "granules" par humidification dans de grandes « assiettes » rotatives inclinées.

Le cru est ensuite introduit dans un long four (60m à 200m) rotatif (1.5 à 3 tours par minute), tubulaire (jusqu'à 6m de diamètre), légèrement incliné (2 à 3 % d'inclinaison)

*Schéma simplifiant les étapes de production du ciment par voie sèche :*



❖ *la cuisson :*

Le cru va suivre différentes étapes de transformation lors de sa lente progression dans le four, vers la partie basse, à la rencontre de la flamme. Cette source de chaleur est alimentée au charbon broyé, fuel lourd, gaz, ou encore en partie avec des combustibles de substitution provenant d'autres industries, tels que le coke de pétrole, les pneus usagés, les farines animales, les huiles usagées.

La température nécessaire à la **clinkerisation** est de l'ordre de 1 450 °C. L'énergie consommée se situe entre 3 200 et 4 200 kJ par tonne de **clinker**, qui est le produit semi fini obtenu à la fin du cycle de cuisson. Il se présente sous forme de granules grises.

De 100°C à 200°C départ de l'eau libre

De 400°C à 600°C départ de l'eau combinée

De 400°C à 750°C destruction des argiles suivant la réaction suivante :



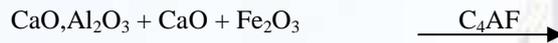
De 600°C à 900°C destruction de  $Al_2O_3(SiO_2)_2$ , et formation d'oxyde actif suivant la réaction suivante :



De 900°C à 1000°C décomposition du calcaire ou décarbonatation suivant les réactions suivantes :



De 800°C à 1300°C consommation de CaO par CS et formation de  $C_4AF$  suivant les réactions suivantes :



Avec :

C signifié CaO

A signifié  $Al_2O_3$

F signifié  $Fe_2O_3$

S signifié  $SiO_2$

$C_4AF$  signifié  $4CaO, Al_2O_3, Fe_2O_3$

À la sortie du four, le clinker doit être refroidi et broyé avant d'être entreposé dans des silos.

♦ Profil thermique de refroidissement de clinker :



Le clinker est le résultat d'un ensemble de réactions physico-chimiques progressives (clinkerisation) permettant :

- La décarbonatation du carbonate de calcium (donnant la chaux vive)
- La scission de l'argile en silice et alumine.
- La combinaison de la silice et de l'alumine avec la chaux pour former des silicates et des aluminates de calcium.

❖ **le refroidissement :**

Dans le cas des **ciments gris**, le clinker est refroidi, dans la plupart des cimenteries actuelles, par un refroidisseur à grilles:

- le clinker va progresser à l'intérieur du refroidisseur grâce aux répétées des grilles sur lesquelles il repose,
- au travers des grilles, de puissants ventilateurs vont souffler sous le clinker afin de le refroidir,
- à l'entrée ou à la sortie du refroidisseur, selon le modèle utilisé, un concasseur à un ou plusieurs rouleaux va le broyer de manière grossière.

❖ **Le stockage :**

A la sortie du refroidisseur, le clinker est transporté par un transporteur métallique à godets qui alimente un silo de stockage métallique.

Un silo des incuits a été prévu à proximité du silo clinker et peut être alimenté directement par le transporteur refroidisseur.

#### ❖ *le broyage :*

Le clinker est ensuite finement broyé pour conférer au ciment des propriétés hydrauliques actives. Ce broyage s'effectue dans des broyeurs à boulets, dispositifs cylindriques chargés de boulets d'acier et mis en rotation.

Lors de cette étape, le gypse (3 à 5 %), indispensable à la régulation de prise du ciment, est ajouté au clinker. On obtient alors le ciment **Portland**.

Les **ciments à ajouts** sont obtenus par l'addition, lors de la phase de broyage, d'éléments minéraux supplémentaires contenus dans des matériaux tels que :

- le laitier de hauts fourneaux
- les fillers calcaires (granulats)
- les pouzzolanes naturelles ou artificielles

#### ❖ *Expédition*

L'expédition du ciment se fait en sacs ou en vrac, par route ou par envoie ferrée. Les différents types de ciment sont envoyés dans des sacs de 50Kg. Par contre les camions et les wagons citernes transportent le ciment extrait directement à partir des silos.

Le clinker peut être également expédié au moyen dispositif de chargement.

#### 5. les catégories du ciment :

##### ❖ *Les ciments portland composés :*

**CPJ35** (résistance élastique= 35MPa) qui représente 70% des ventes et il est conçu pour les constructions en béton armé.

**CPJ45** (résistance élastique= 45MPa) qui représente 30% des ventes du ciment et il est utilisé pour les grands ouvrages.

**CPA55** (résistance élastique=55MPa) il est utilisé dans les travaux de grande masse.

##### ❖ *Le ciment portland artificiel :*

Le ciment portland artificiel (C.P.A) contient au moins 95% de clinker et 5% de gypse, il est utilisé pour les ouvrages nécessites des prises rapides et des résistances importantes.

# Chapitre II

## *CONTROLE QUALITE :*

- **LES ESSAIS CHIMIQUES**
- **LES ESSAIS PHYSIQUES**

## ***A- Service contrôle qualité***

Le service contrôle qualité est parmi les plus importants services au sein de l'usine puisqu'il détermine si la qualité du ciment est dans la norme nationale ou non.

Le responsable de ce service a pour tâche le suivi de la qualité des produits, depuis la matière première jusqu'au produit fini, et faire les essais chimique, physique et mécanique sur les différentes matières utilisées dans la fabrication du ciment. Ces essais sont faites conformément aux Normes en vigueur (NM 10.1.005 pour les ciments type CPJ35, CPJ45 et CPJ55 et NE 196-X pour le ciment type CEM II A-M 42,5R).

### **I- les types des analyses effectués :**

Le service contrôle qualité effectue différentes analyses en fréquences variantes selon le produit analysé, ces analyses s'effectuent d'une manière continue 24h/24h et 7 jour/7 jour

- Un contrôle des matières premières chaque semaine
- Un contrôle de sortie broyeur cru toutes les 2 heures
- Un contrôle de la farine chaude 3 fois par jour
- Un contrôle de clinker chaque heure
- Un contrôle de ciment chaque heure

Les analyses effectuées sont de deux types ; des analyses **physique, mécanique** et des analyses **chimique** et chacun de ces deux types contient plusieurs analyses indispensables pour la surveillance de la qualité de ciment.

Les types des essais effectués sont placés dans le tableau suivant :

<b>Essais physiques et mécaniques</b>	<b>Essais chimiques</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>• Stabilité (expansion à chaud)</li><li>• Finesse Blaine</li><li>• Utilisation du tamiseur à courant d'air</li><li>• Résistance à la compression</li><li>• Analyse granulométrique de la matière à</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>▪ Perte au feu</li><li>▪ Taux d'humidité</li><li>▪ Dosage de la chaux libre</li><li>▪ Chlorures</li><li>▪ Analyse par rayon fluorescents (RX)</li></ul>

Dans ce chapitre, on trouve les différentes procédures nécessaires pour effectuer ces contrôles. Le contrôle se fait en se basant sur 3 équations de références : **FSC**, **MAF** et **MS**.

Le calcul de ces trois teneurs se fait à l'aide de quatre composés chimiques :  $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

## **II. Proportion de matière premier :**

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

### **1- taux de saturation en chaux (lime saturation factor) : LSF**

Cette équation détermine la quantité de chaux nécessaire pour saturer les trois autres oxydes ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

$$\text{LSF} = \text{CaO} \times 100 / (2.8 \text{SiO}_2 + 1.18 \text{Al}_2\text{O}_3 + 0.65 \text{Fe}_2\text{O}_3)$$

$$\text{LSF} = 0.92 \text{ à } 0.96$$

FSC élevé entraîne une consommation calorifique plus élevée, une consommation de briques du four, et formation de chaux libre

### **2- module silicique : MS**

La deuxième équation nécessaire est celle qui détermine la relation entre la quantité de  $\text{SiO}_2$  d'une part et la quantité d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  d'autre part est le module silicique.

$$\text{MS} = \text{SiO}_2 / (\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)$$

$$\text{MS} = 1.9 \text{ à } 3.2$$

### **3- module aluminoferrique : MAF**

La troisième équation est celle qui détermine la relation entre la quantité d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  et de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , cette équation s'appelle le module aluminoferrique.

$$\text{MAF} = \text{Al}_2\text{O}_3 / \text{Fe}_2\text{O}_3$$

$$\text{MAF} = 1.5 \text{ à } 2.5$$

## ***B- Les analyses chimiques :***

### **1. préparation de l'échantillon pour les analyses :**

#### **❖ Principe :**

Suivant la nature du matériau la préparation comprend l'ensemble ou une partie des opérations suivantes :

## ❖ Etape de préparation :

### a) Réception du matériau

A fin d'identifier sans ambiguïté l'échantillon réceptionné, il doit être repéré en indiquant:

- Date
- Nature de l'échantillon
- Origine.

### b) Prélèvement

Les équipements de prélèvement ne doivent pas influencer la qualité de l'échantillon.

### c) Séchage

Suivant la nature de l'échantillon, il est nécessaire ou pas de sécher le matériau. Dans le cas d'un matériau humide on détermine le taux d'humidité.

Le séchage s'effectue en étuve à une température inférieure ou égale à 105°C.

### d) Prélèvement d'un témoin

Il est indispensable de conserver une partie du matériau sous sa forme brute afin de posséder un témoin oculaire (environ 10 % du poids total).

### e) Concassage

Amener le matériau à une granulométrie inférieure ou égale à 12 mm. Les matériaux à concasser doivent être parfaitement secs.

### f) Echantillonnage

La préparation peut s'effectuer de deux manières différentes :

- L'échantillon concassé est divisé en quatre parties (4 quarts) A, B, C, D.
- Au moyen du diviseur "échantillonneur" appareil séparant en parties égales une quantité importante du matériau déterminé.

### g) Subroyage.

Amener au refus d'un tamis donné un échantillon. Pour une analyse chimique le refus doit être nul à 160 µm. Cette opération s'effectue à l'aide d'un subroyeur surnommé HERZOG.

## 2- le taux d'humidité :

### ❖ le domaine d'application :

Ciment, Calcaire, Argile, Cru, Combustibles, gypse.

### ❖ Principe :

Peser une quantité de matière, sécher à l'étuve jusqu'à poids constant et en déduire le pourcentage d'eau.

❖ **Mode opératoire :**

On Pèse la capsule à l'aide de la balance on notant son poids, puis on Ajoute 100g de matière à analyser et on la maintient dans l'étuve à une température de 100°C environ 3 à 4 heures et après le refroidissement que l'on effectue dans un dessiccateur, on Pèse à nouveau l'ensemble (capsule + matière)

❖ **Résultats :**

Soit :  $m_T$  : Tare de la capsule  
 $m_H$  : Prise d'essai (matière humide)  
 $m_S$  : Poids de la capsule + prise d'essai (matière sèche).

$$\% \text{ d'humidité} = \frac{(m_H + m_T) - m_S}{m_H} \times 100$$

✚ **Humidité du gypse :**

Même mode opératoire, mais en prenant la précaution de maintenir la capsule dans l'étuve pendant 48 h à la température de 40°C pour éviter de perdre une demi mole d'eau de constitution **de gypse**.

### **3- perte au feu :**

❖ **Domaine d'application :**

Matière première, cru, clinker, ciment.

❖ **Principe :**

La perte au feu est déterminée en atmosphère oxydante (air). Par calcination à l'air à (975 ± 25) °C le gaz carbonique et l'eau sont chassés.

❖ **Mode opératoire :**

Peser dans un creuset taré (de masse  $M_i$ ) une masse de  $1 \pm 0,05$  g de ciment soit la masse  $M_m$  puis on place le creuset dans le four dont la température est de 1000°C pendant 20 min on refroidit de 5 à 10 min à l'air libre et on pèse le creuset soit  $M_f$ .

❖ **Résultats :**

$$\% \text{ Perte au feu} = [(M_i + M_m - M_f) / M_m] \times 100$$

❖ **Pour les cendres :**

On procède par le même mode opératoire et le résultat sera exprimé comme suite :

$$\% \text{ De cendre} = 100 - \text{PAF}$$

### **4- Analyse par rayons fluorescents (RX) :**

### ✚ *Préparation des pastilles pour les analyses à rayon X :*

#### ❖ Les matériaux concernés:

Matière 1<sup>ère</sup>, les ajouts, cru, farine chaude, clinker, ciment.

#### ❖ Principe :

Préparation d'une pastille consiste à broyer la matière pour l'amener à une granulométrie ultime des différents grains et obtenir une pastille prête pour l'analyse.

#### ❖ Mode opératoire :

Ce procédé consiste à surbroyer environ 15g de cru avec 0,5 g de l'acide stéarique pendant 3min dans un broyeur à l'aide d'une assiette en tungstène. On récupère la totalité du matériau broyé avec un pinceau et on le met dans la presse à pastille.

### ✚ *Préparation des perles :*

#### ❖ Domaine d'application :

Matières premières, cru, clinker, ciment.

#### ❖ Principe:

Préparation automatique des perles (fusion du matériau).

#### ❖ Mode opératoire:

On pèse exactement **4,813 g** de fondant et on l'ajoute sur un poids d'échantillon déterminé par la relation suivante :  $(1,20 \times 100) / (100 - \text{PAF})$ .

Avec : PAF étant la perte au feu de l'échantillon

On met l'ensemble dans un creuset en platine et on le met dans le four à 1000°C pendant 20 min ; ensuite on verse le produit obtenu (sous forme liquide) dans une nacelle pour l'obtention de la forme de perle.

### ✚ *Analyse sur spectromètre à rayons X :*

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

## **5- la chaux libre :**

L'expression de la chaux libre est donnée par :

$$\text{CaO}_{\text{libre}} = 8.5 - 3.07 \text{MgO} + 0.74 \text{K}_2\text{O} + 2.19 \text{Na}_2\text{O} - 0.74 \text{SO}_3 \quad (*)$$

Elle est dangereuse pour le ciment car son hydratation est accompagnée d'un gonflement. C'est la raison pour laquelle on veille à ce que la quantité de chaux libre reste inférieure à une certaine valeur ( $\text{CaO} < 2\%$ ). L'équation (\*) montre que  $\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$  gêne la formation du clinker tandis qu'au contraire  $\text{MgO}$  et  $\text{SO}_3$  l'accélèrent.

### ✚ *Détermination de la chaux libre automatiquement :*

#### ❖ Domaine d'application :

Clinker et Ciment.

❖ **Principe :**

Extraction de la chaux libre par le glycol éthylénique et dosage par acidimétrie.

❖ **Mode opératoire :**

Automatiquement l'appareil remplit le bécher avec d'éthylène glycol qui va chauffer jusqu'à 80°C, une fois l'éthylène glycol chauffé, on ajoute 1g du clinker ou du ciment finement broyé, et laisser pendant 20 minutes. L'appareil filtre sous vide et rince le bécher 2 fois avec l'éthylène glycol, on récupère le filtrat. Le résultat sera donné automatiquement par l'appareil.

## **6- Dosage de chlorure :**

❖ **Domaine d'application:**

Farine chaude, alimentation four, les matières 1<sup>ères</sup>, pouzzolane, gypse.

❖ **Principe:**

Détermination de la teneur en chlorure (Cl<sup>-</sup>) par un titrateur.

Le principe de cet appareil repose sur le dosage potentiométrique. Le titrage se fait par une électrode d'argent et une solution de nitrate d'argent (Ag<sup>+</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) servant à la précipitation des chlorures sous forme de chlorure d'argent selon la réaction suivante :



Ce titrage est programmé pour mesurer des teneurs en ion Cl<sup>-</sup> de l'ordre de 100 à 1000 ppm.

❖ **Mode opératoire :**

On pèse une masse d'environ 0,2g pour la farine chaude et environ 2g pour l'alimentation four. On ajoute un peu d'eau distillée, 10 ml d'HNO<sub>3</sub> 50 % et après on ajuste avec de l'eau distillée jusqu'à 2/3 du bécher. Après, on le place dans l'appareil du titrateur.

Le résultat sera affiché automatiquement en ppm.

## ***C- les analyses physiques :***

### **1- Utilisation du tamiseur à courant d'air :**

❖ **Principe :**

La finesse du ciment est mesurée par tamisage sur des tamis normalisés. Ainsi est déterminé le pourcentage du ciment dont les dimensions des grains sont supérieures aux dimensions de la maille spécifiée.

❖ **Domaine d'application :**

Cru, Combustible, ciment.

❖ **Mode opératoire :**

On pèse 10 grammes de l'échantillon à analyser soit (m<sub>1</sub>), et on dépose cette quantité pesé sur le tamis puis on met en place le couvercle et on déclenche la minuterie.

Pour éviter le collage du produit on tape le couvercle avec un marteau en plastique, après le déclenchement automatique de la minuterie on récupère les refus et on pèse la masse m<sub>2</sub>.

❖ **Expression du résultat :**

$$\% R1 = m_2 * 100 / m_1$$

Avec  $m_1$  : poids initial  $m_2$  : poids après tamisage

## 2- Analyse granulométrique des matières à l'état brute :

### ❖ Domaine d'application:

- Matière première -clinker
- combustible

### ❖ Principe :

Détermination du pourcentage des passants à des tamis de différentes ouvertures.

### ❖ Mode opératoire:

#### SERIE DES TAMIS UTILISE :

1mm – 2mm- 3,5mm - 5mm - 10mm - 14mm - 20mm - 25mm - 40mm.

**N.B :** Chaque tamis peut être remplacé par un tamis qui lui est proche au niveau de diamètre d'ouverture des tamis.

#### Opération :

On met sur un fond tamis (ou un plateau) la série des tamis ci-dessus dans un ordre croissant de bas en haut. Puis en procède à un tamisage au niveau de chaque tamis.

### ❖ Expression des résultats :

**R<sub>p</sub>** : refus partiels au niveau de chaque tamis

**R<sub>c</sub>** : refus cumulés au niveau de chaque tamis

**R<sub>c tot</sub>** : refus cumulés total au niveau du dernier tamis

**% P<sub>T</sub>** : Pourcentage des passants au niveau de chaque tamis

**% R<sub>c</sub>** : pourcentage des refus cumulés au niveau de chaque tamis

$$R_c = R_p (\text{tamis}) + R_p (\text{des tamis précédents})$$

$$\% R_c = R_p * 100 / R_c \text{ tot}$$

$$\% P_T = 100 - \% R_c$$

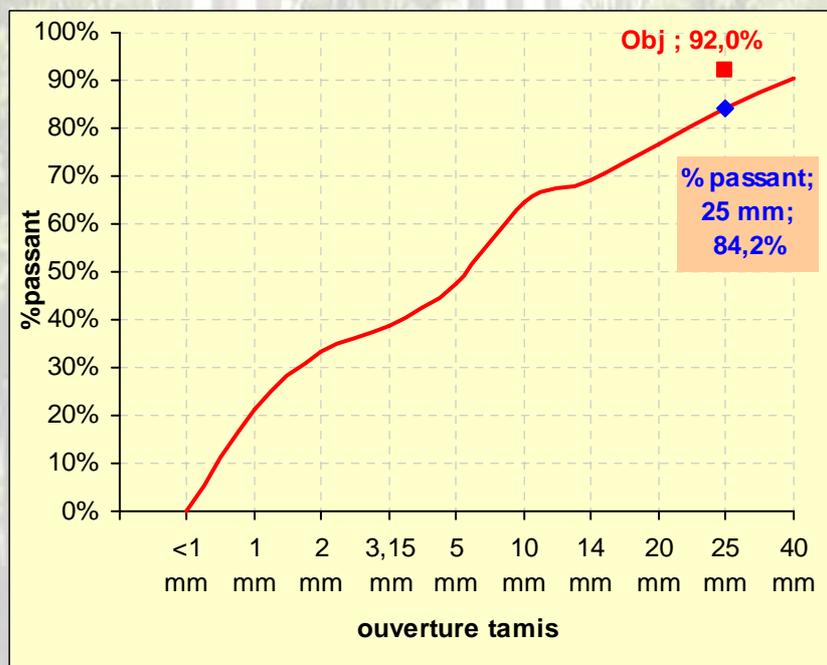
### **Exemple:**

Nous avons effectué un teste granulométrique sur un poids totale de 45kg de matière sortie de concasseur et on a obtenue les résultats suivante :

Holcim Maroc Usine Oujda Sce Contrôle Qualité		GRANULOMETRIE MATIERE SORTIE CONCASSEUR TAS N°1350			DATE : 20 avril 2010	
Ouverture Tamis mm	Refus partiel g	Refus Cumulé G	Refus Cumulé %	% passant	Obj	
40 mm	4500	4500	9,5%	90,5%	92%	
25 mm	3000	7500	15,8%	84,2%	92%	
20 mm	3477	10977	23,1%	76,9%	92%	
14 mm	3711	14688	31,0%	69,0%	92%	
10 mm	2048	16736	35,3%	64,7%	92%	
5 mm	8184	24920	52,5%	47,5%	92%	
3,15 mm	4200	29120	61,4%	38,6%	92%	
2 mm	2544	31664	66,8%	33,2%	92%	
1 mm	5760	37424	78,9%	21,1%	92%	
<1 mm	10000	47424	100,0%	0,0%	92%	
Lieu de prélèvement : Bande D01						
Consignes : % passant à 25 mm > 92%						

✓ D'après les résultats représentés dans le tableau ci-dessus on peut tracer le graphe suivant :

La courbe granulométrique de tas N°1350



3- la surface

spécifique de Blaine :

❖ Principe :

La finesse du ciment est mesurée sous forme de surface massique en observant le temps mis par une quantité fixée d'air pour traverser un lit de ciment compacté à des dimensions et une porosité spécifiée.

Le but de cet essai est de contrôler la perméabilité à l'air du ciment et de déterminer la granulation de la farine en visant la perméabilité de la matière de l'air.

❖ **Mode opératoire :**

Placer la grille au fond de la cellule, appliquer sur cette grille au moyen d'une tige à face inférieure plane et équerre un disque veuf de papier filtre.

Verser le liant à analyser dans la cellule en utilisant un entonnoir, donner quelques légères secousses à la cellule pour niveler la couche du liant, puis placer sur celle-ci un autre disque neuf de papier filtre.

Tasser avec précaution au moyen du piston en évitant la montée de la poudre au-dessus du papier filtre jusqu'à ce que le collier vienne buter contre le haut de la cellule et retirer le piston lentement.

Enduire de vaseline la partie rodée de la cellule et la placer sur son ajustage en lui appliquant un léger mouvement de rotation pour répartir la vaseline.

Veillez au cours de cette opération à ne pas altérer le tassement de la couche.

Aspirer lentement au moyen de la poire l'air du tube jusqu'à ce que le niveau du liquide atteigne le trait supérieur.

Fermer le robinet et mettre en marche le chronomètre quand le niveau du liquide atteint le deuxième trait, l'arrêter quand il atteint le troisième trait (soit le temps  $t$ ).

❖ **Résultat :**

$$S.S.B \text{ (cm}^2\text{/g)} = K \sqrt{t}$$

Avec

$t$  : Temps de passage de l'air à travers la couche de ciment, en secondes.

$K$  : constante de l'appareil déterminée lors de l'étalonnage et relative au liquide utilisé.

## 5- mesure de résistance :

✚ ***Préparation des moules :***

Cette opération consiste à préparer dans un récipient d'un malaxeur une pâte avec 450g de ciment, et 250g d'eau et 1350g de sable normalisée, puis en la verse dans des éprouvettes en acier de dimension 4cm × 4cm × 16cm placés sur une table à choc, ces dernière permet d'avancer les particules d'air de la pâte pour que le moule sera bien remplie.

Après remplissage, on les conserve à une température de 20°C pendant 24 heures.

Le démoulage s'effectue le lendemain on notant la référence et la date de la rupture et les en remet dans une armoire climatisée immergées dans l'eau pendant des différents âges, de 2 jours, 7 jours, et 28 jours.

✚ ***Rupture des moules par flexion et compression :***

Les éprouvettes doivent être sorties de l'eau 15 minutes avant l'essai, essuyées et pesées. Placer l'éprouvette dans la machine d'essai de flexion, faire exercer la traction par flexion jusqu'à rupture.

Chaque demie éprouvette est essayée en compression sur les surfaces latérales du moulage, sous une section de 4 × 4cm, entre deux plaques de métal dur d'au moins 10mm d'épaisseur et de 40 ± 0,1 mm de largeur.

La demie éprouvette est placée entre les deux plaques de manière que son extrémité intacte les dépasse d'au moins 1cm et que les arrêtes longitudinales de l'éprouvette soient perpendiculaires à celles des plaques.

La charge doit croître jusqu'à rupture à vitesse telle que l'accroissement de contrainte soit compris entre 1 et 2 MPa par seconde. Toute fois jusqu'à la moitié de la charge présumée, la charge peut augmenter rapidement. Les résultats sont exprimés en MPa.

## **6- stabilité (expansion à chaud) :**

### **❖ Principe :**

Les essais d'expansion à chaud et à froid sont exécutés au moyen de moules permettant la mesure de la déformation. Ils sont effectués sur pâte normale.

### **❖ Mode opératoire :**

Placer les moules sur des plaques de verre, les remplir de pâte pure avant servir à l'essai de prise et les recouvrir chacun d'une autre plaque de verre légèrement lestée, les conserver aussitôt dans l'armoire climatisée. Après 24 heures, retirer les moules de l'armoire climatisée, enlever les plaques de verre avec précaution, mesurer l'écartement initial entre les deux aiguilles de chaque moule, les placer (les aiguilles verticales) dans le bain-marie rempli d'eau que l'on porte progressivement à l'ébullition en un temps qui doit être compris entre un quart d'heure et une demie heure. Après ébullition pendant 3 heures consécutives, on mesure à nouveau l'écartement final des points des aiguilles sans attendre le refroidissement. La différence entre l'écartement initial et l'écartement final nous donne l'expansion du ciment exprimée en mm.

# Chapitre III

*EVALUATION DES POUZZOLANES DANS LE  
CIMENET SELON LA PROCEDURE DU GROUPE  
HOLCIM.*

# I - GENERALITES :

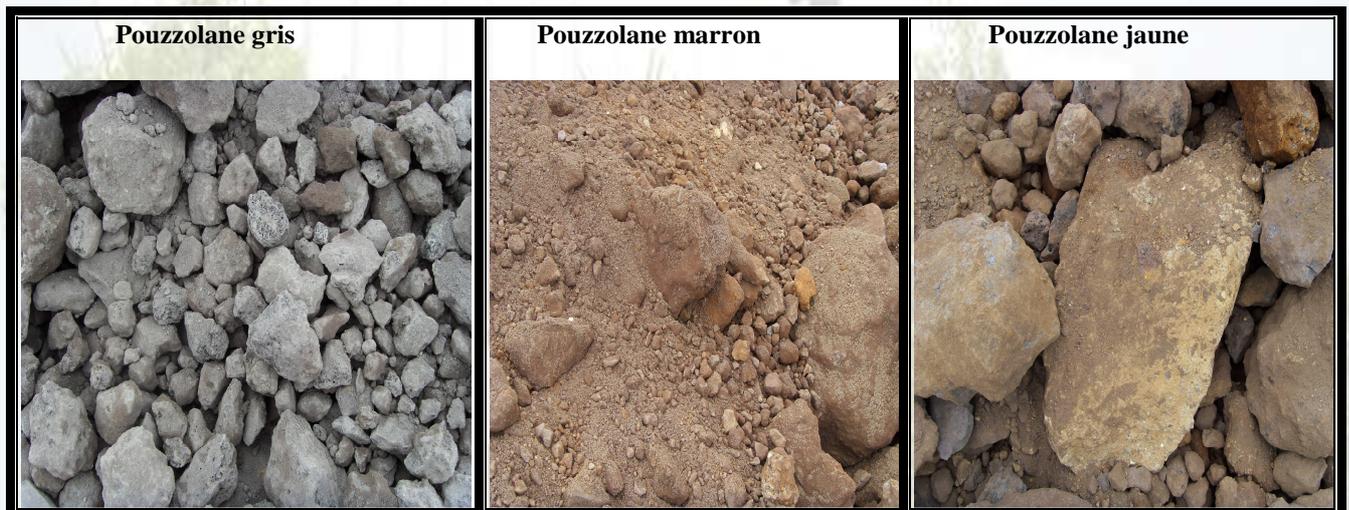
## 1- Définition de la pouzzolane :

La pouzzolane est une roche volcanique poreuse, de couleur marron à gris. Il s'agit d'une roche naturelle possédant une texture alvéolaire.

C'est un matériau léger, de densité sèche inférieure à 1, poreux, isolant thermiquement et de pH neutre. Contrairement aux billes d'argile expansée, la pouzzolane ne flotte pas dans l'eau.

Avec 5 à 10 cm d'épaisseur, la pouzzolane protège le sol de la lumière du soleil et limite ainsi la pousse des mauvaises herbes. C'est aussi un isolant naturel qui permet de réguler la température et l'humidité dans le sol.

### Les différentes pouzzolanes



### Pourquoi la pouzzolane est-elle noire ou rouge ?

La pouzzolane est rouge car la lave refroidit plus lentement parce qu'elle est proche de la cheminée et le fer s'oxyde (rouille). On trouve la pouzzolane rouge en haut du cône car la chaleur y est plus élevée. La pouzzolane est noire car la lave refroidit rapidement et le fer n'a pas le temps de s'oxyder. On la trouve en bas du cône.

## 2- Types de pouzzolane

- **Pouzzolane naturelle**

Les pouzzolanes naturelles sont des matériaux d'origine naturelle qui peuvent avoir été calcinées dans un four ou transformées, puis broyées pour obtenir une fine poudre.

Les de Pouzzolanes naturelles les plus fréquemment utilisées en Amérique du Nord à l'heure actuelle comprennent l'argile calcinée, le schiste calciné et le métakaolin.

- **Pouzzolane artificielle**

Les pouzzolanes artificielles sont toute matière essentiellement composée de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant subi un traitement thermique pour lui assurer des propriétés pouzzolaniques. Elles sont des déchets des différentes industries. On distingue, Soit des résidus de fabrication industrielle tel que le mach fers , cendre de bois ou d'houille ,soit des débris de brique et de tuile fabriquées avec des argile pures des températures modérées. On distingue aussi le schiste cuite, et les déchets de l'industrie à base de méta kaolinite.

### **3. Le rôle principal de la pouzzolane dans la fabrication de ciment :**

L'utilisation des additions minérales, comme substitutions au ciment, aussi bien sur les chantiers que dans les bétons prêts à l'emploi, est une pratique inconnue par les constructeurs de notre pays. C'est pourquoi, il nous a paru important d'étudier et d'évaluer l'influence de ces additions, comme substitutions au ciment, sur les propriétés du béton durci. L'addition minérale utilisée est la pouzzolane naturelle.

Ainsi que la pouzzolane présente une amélioration de la résistance lors de l'utilisation dans des conditions de sols agressifs et par suite une réduction de prix de revient du ciment tout en améliorant les caractéristiques de béton.

#### **Autre utilisation de pouzzolane :**

Les nombreuses autres utilisations de la pouzzolane :

- Filtre d'eau potable ou lit bactérien pour stations d'épuration
- Remblais léger en travaux publics
- Isolation phonique et thermique...

## **II- Expérimentation :**

Dans cette patrie on doit se baser sur l'étude de trois types de la pouzzolane qui appartient à la même carrière mais elles présentent des caractéristiques différentes.

- Pouzzolane grise
- Pouzzolane marron
- Pouzzolane jaune

L'objectif de ce travail consiste à s'avoir l'indice de réactivité de chaque pouzzolane à partir de la détermination de la teneur en silice, puis l'évaluation de chaque pouzzolane on se basant sur la résistance mécanique après 28 jours.

Dans le traitement de notre sujet on va poursuivre le procédé standard qui était publié par le groupe pouzoTech travaillant sur la pouzzolane de groupe HOLCIM et qui sert des méthodologies standard aux projets de HOLCIM. Ces pouzzolanes sont évaluées afin de produire des données significatives, et garantir les résultats d'essai qui sont comparables avec les différents pays.

### **1. Préparation des matériaux :**

Sur la carrière, nous avons prélevé des quantités importantes de chaque échantillon.

Au laboratoire nous prélevons juste la quantité nécessaire à l'essai qui sera représentatif à l'échantillon de départ.

Pour cette étude nous avons besoin de préparer un ciment à base de 70% du CPA et 30% de pouzzolane. Alors nous devons concasser une quantité de (10 kg) de chaque échantillon à l'aide d'un concasseur disponible au laboratoire, puis nous les séchons à l'étuve pendant 4h à une température de 100° C. à la fin du séchage les échantillons seront mis dans des sacs sur lesquels nous notons la date et le type de chaque matériau.

Pour préparer un ciment qui contient 70% du CPA et de 30% de la pouzzolane, nous devons surbroyer 600g de chaque échantillon dans le broyeur HERZOG, puis on les mélange avec 1400g du CPA, (2kg en totale, nous permettront de préparer 2 moules de chaque ciment).

La finesse des ciments obtenus dépend à la fois de la nature de l'échantillon et le temps de broyage.

Pour la suite d'étude il faut que la finesse des échantillons du ciment préparé soit comprise entre 6-8 % sur le tamis de 45 µm.

➤ Les résultats obtenus pour les finesesses sont représentés dans le tableau :

pouzzolanes finesse en (%)	Pouzzolane grise	Pouzzolane marron	Pouzzolane jaune
1 <sup>er</sup> broyage	42.2%	40.9%	38.6%
2 <sup>ème</sup> broyage	24.62%	26.25%	20.38
3 <sup>ème</sup> broyage	14.85%	12.92%	10.25%
4 <sup>ème</sup> broyage	7.59%	6.42%	6.17%

✓ On tient à avoir un pourcentage de finesse dans les environs de 7% pour qu'on soit dans les normes.

## 2. Analyse chimique

Pour contrôler la qualité de plusieurs matériaux au niveau du laboratoire de la cimenterie Holcim-Oujda, nous nous servons du spectromètre de fluorescence de rayon X (XRF).

les types d'analyse chimique sur la matrice comprend la teneur en SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, et la PAF qui représentent un ensemble de 90% et les 10% qui restent contiennent la teneur en TiO<sub>2</sub>, MnO, MgO, Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, SO<sub>3</sub> et Cl, ces derniers sont habituellement moins abondants mais qui peuvent jouer un rôle critique.

➤ Les résultats des analyses par rayon X sont présentés comme suite ainsi que certaines analyses chimiques:

• Pour les Pouzzolanes :

pouzzolane analyse	Pouzzolane grise	Pouzzolane marron	Pouzzolane jaune
% humidité	3.23	9.85	4.01
% PAF	4.63	7.23	14.10
Cl (ppm)	31.42	41.32	39.28

Eléments Pouzzolane	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O
Pz grise	48.39	14.91	10.31	13.24	1.41	0.03	4.09
Pz marron	49.88	14.54	10.77	12.15	0.91	0.03	4.99
Pz jaune	49.85	10.92	7.05	19.63	2.50	0.04	5.22

- Pour le Ciment portland artificiel (CPA) :

Elmt composé	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	PAF	%Refus (45µm)
CPA	20.25	5.28	3.40	62.35	2.78	3.67	1.27	2.72	3.05

- Pour les Ciments élaborés au sein de laboratoire :

Elmt composés	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	PAF
CPA+Pz grise	27.78	8.8	4.95	45.32	2.50	2.25	1.70	3.00
CPA+Pz marron	27.88	8.72	4.82	43.60	2.29	2.15	1.90	4.06
CPA+Pz jaune	24.77	6.81	3.89	45.97	2.56	2.33	1.66	5.92

- Les finesses des ciments:

ciments Tamis	CPA+pz grise	CPA+Pz marron	CPA+Pz jaune
45 µm	3.88%	4.90%	3.62%
90 µm	0.30%	0.80%	0.31%

### III- ETUDE DE LA REACTIVITE DES POUZZOLANES

#### 1. Détermination de la SiO<sub>2</sub> réactive

##### a. Protocole expérimentale

Nous prenons une quantité de notre échantillon de pouzzolane déjà préparé (séché à 60°C pendant une heure puis broyé), et nous pesons 2g de cendre dans un bécher de 600ml nous y ajoutons 25ml d'eau distillée froide, toute en dispersant la matière avec une tige en verre puis nous ajoutons 40 ml de HCl concentré et nous mettons l'ensemble sur une plaque chauffante à 100°C jusqu'à ce que le produit s'évapore à sec.

Nous Reprenons le résidu deux fois avec 20 ml de HCl concentré.

Après l'évaporation nous ajoutons sur le résidu 100ml de HCl dilué (25ml de HCl avec 75ml d'eau distillée). nous réchauffons la solution puis on la filtre ; ensuite nous lavons le résidu avec de l'eau chaud plusieurs fois jusqu'à la disparition des ions Cl<sup>-</sup>.

A la fin de la filtration nous introduisons le filtre et son contenu dans une fiole conique de 250ml, surmontée d'une colonne réfrigérante nous y ajoutons 100ml de KOH (C=250g/l) et nous laissons la solution reposer 16 heures à température ambiante.

Après maturation nous portons la fiole à l'ébullition pendant 4h, puis nous filtrons sur un papier filtre et nous lavons le résidu avec de l'eau puis avec 100ml de HCl dilué (10ml HCl+ 90ml de l'eau distillée), ensuite nous le rinçons avec de l'eau chaude jusqu'à disparition des ions Cl<sup>-</sup>. Enfin nous calcinons le résidu à 975 ± 25°C jusqu'à masse constante dans un creuset en platine taré.

#### b. Détermination du résidu insoluble

Le résidu insoluble est calculé selon la relation suivante :

$$RI_{KOH} = ((m_3 - m_2) / m_1) * 100$$

Avec :

- m<sub>1</sub> : masse initiale du produit 2g
- m<sub>2</sub> : masse du creuset vide
- m<sub>3</sub> : masse du creuset après calcination

#### ➤ *Les résultats*

Masse pouzzolane	m <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	m <sub>3</sub>	RI <sub>KOH</sub>
Pz grise	2	12.90	14.28	69
Pz marron	2	12.94	13.81	43.45
Pz jaune	2	12.90	13.43	26.47

#### c. détermination de la teneur en silice du résidu

##### ➤ *recupération du résidu insoluble pour réaliser une perle.*

La masse du résidu est m = m<sub>3</sub> - m<sub>2</sub>

Deux cas sont possibles :

##### 1<sup>er</sup> cas :

Si m > 0.6 on doit peser dans un creuset en platine 0.6g du RI puis on y ajoute 4.81g de Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>

##### 2<sup>ème</sup> cas :

Si m < 0.6g et > 0.3g on pèse 0.3g de RI + 4.81g de Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>

La perle obtenue est analysée à l'aide de spectromètre RX, la valeur de SiO<sub>2</sub> doit être multiplié par le facteur de dilution de la perle (2 pour le cas 1 et 4 pour le cas 2)

##### ➤ *les résultats d'analyse par rayon-x :*

Elmt composé	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	MgO	Na <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
Pz grise	2.57	2.40	2.50	2.25	0.14	0.73	0.28	13.10
Pz marron	2.80	2.22	1.00	2.55	0.00	0.84	0.28	13.61
Pz jaune	1.15	1.58	0.55	0.91	0.00	0.04	1.36	11.23

##### ➤ *Le calcul des résidus insolubles:*

	La masse m résidu	SiO <sub>2</sub>	Teneur de SiO <sub>2</sub> du RI
Pz grise	1.38	13.10	26.2
Pz marron	0.86	13.61	27.22

<b>Pz jaune</b>	0.52	11.23	44.92
-----------------	------	-------	-------

✓ La pouzzolane jaune présente une teneur importante de SiO<sub>2</sub> de résidu insoluble.

#### d. détermination de la teneur en silice de la cendre volante

Nous calcinons une quantité de cendre volante à 975° ± 25°C puis nous pesons dans un creuset en platine une masse de 0.6g de CV calcinée en y ajoutant 4.81g de Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> sec pour réaliser la perle de CV (Cendre Volante).

La perle obtenu est analysée à l'aide de spectromètre RX, la teneur de SiO<sub>2</sub> obtenue est multiplié par le facteur de dilution de la perle 2 et par (100-PAF)/100).

Avec PAF : Perte Au Feu de cendre volante à 975°C.

➤ *les résultats obtenus par RX:*

Elmt composé	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	MgO	Na <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
<b>Pz grise</b>	1.76	3.07	3.30	1.43	0.21	0.69	0.33	10.62
<b>Pz marron</b>	1.91	3.35	3.11	1.79	0.09	0.43	0.31	11.10
<b>Pz jaune</b>	3.17	2.49	2.68	2.52	0.20	0.76	0.58	14.94

e) calcul de la teneur en silice réactive :

$$SiO_{2(RE)} = SiO_{2(T)} - (RI * SiO_{2(RI)}) / 100$$

➤ *Les teneurs en silice réactif sont regroupés dans le tableau suivant :*

Ref:	Nature:	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	total	paf	RI	SiO <sub>2(T)</sub>	SiO <sub>2(RI)</sub>	SiO <sub>2(RE)</sub>
<b>Pz-grise</b>	PERLE-	10,62	1,76	3,30	3,07	0,21	0,33		19,29	<b>4,63</b>	<b>69,00</b>	<b>48,83</b>	<b>58,24</b>	<b>8,64</b>
	CENDRE	48,83	8,09	15,17	14,12	0,97	1,52	0,00	88,69					
	PERLE-	13,10	2,57	2,50	2,40	0,14	0,28		20,99					
	RESIDU	58,24	11,43	11,11	10,67	0,62	1,24	0,00	93,32					
<b>Pz-jaune</b>	PERLE-	14,94	3,17	2,68	2,47	0,20	0,58		24,04	<b>14,10</b>	<b>26,47</b>	<b>49,65</b>	<b>66,51</b>	<b>32,04</b>
	CENDRE	49,65	10,53	8,91	8,21	0,66	1,93	0,00	79,89					
	PERLE-	11,23	1,15	0,55	1,58	0,00	1,36		15,87					
	RESIDU	66,51	6,81	3,26	9,36	0,00	8,05	0,00	93,99					
<b>Pz-marron</b>	PERLE-	11,10	1,91	3,11	3,35	0,09	0,31	0,00	19,87	<b>7,23</b>	<b>43,45</b>	<b>48,20</b>	<b>63,92</b>	<b>20,42</b>
	CENDRE	48,20	8,29	13,50	14,55	0,39	1,35	0,00	86,28					
	PERLE-	13,61	2,80	1,00	2,22	0,00	0,28	0,00	19,91					
	RESIDU	63,92	13,15	4,70	10,43	0,00	1,32	0,00	93,51					

✓ D'après les résultats obtenues dans le tableau ci-dessus on remarque la pouzzolane jaune présente une teneur en silice très importante et par suite elle présentera une influence remarquable sur les résistances des ciments, ces résultats seront confirmés par le teste de résistance.

## IV. indice de condition de l'eau :

Pour l'étude de notre sujet on se base sur la préparation des ciments suivante :

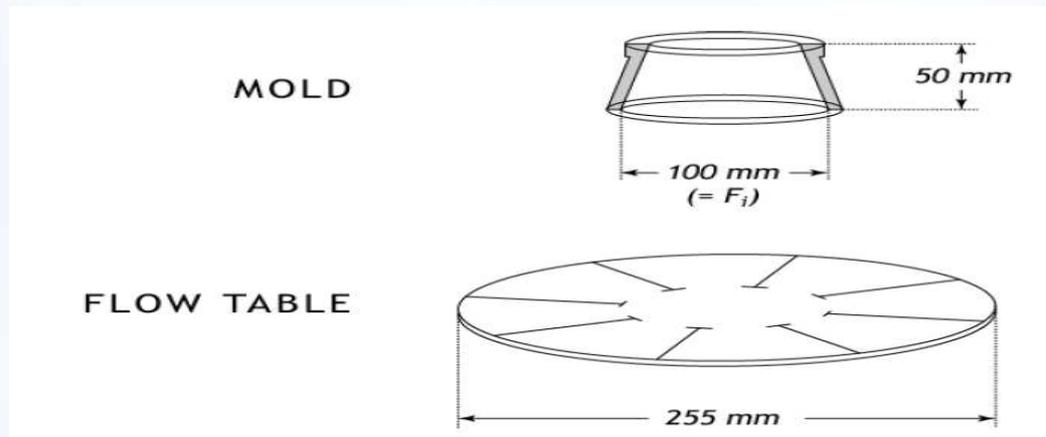
Le ciment 1 : se compose de 100% de CPA, il représente l'élément de référence.

Le ciment 2: se compose de 70% de CPA plus de 30% de pouzzolane grise.

Le ciment 3: se compose de 70% de CPA plus de 30% de pouzzolane marron.

Le ciment 4: se compose de 70% de CPA plus de 30% de pouzzolane jaune.

Puis nous préparons tous les mortiers à un écoulement constant de  $110 \pm 5\%$   
On présente des schémas explicatifs sur la préparation des mortiers:



*Description de la dimension du moule utilisé pour la détermination de l'indice de condition de l'eau*

## 1. Formulation des mortiers :

### ❖ L'écoulement (F)

Nous utiliserons des mortiers normaux, selon la norme NM 10.1.005 & NF EN 196-1 dont la composition est la suivantes :

450g de liant hydraulique.

1350g de sable normalisé. Ceci correspond donc à un rapport sable/ciment égale à 3.

Le taux de l'eau de gâchage à été maintenu varie selon la nature du ciment pour l'ensemble des gâchées, il nécessite un écoulement de  $210 \pm 5$  millimètres.

Ces composés sont introduit dans un bol de cinq litre répondant au caractéristiques de la norme est mélangé à l'aide d'un malaxeur à mortier, en respectant la procédure de malaxage préconisée dans la norme NM 10.1.005 & NF EN 196-1.

La maniabilité du mortier frais est déterminée à l'aide de l'étalement d'une quantité de mortier emplissant un tronc de cône de 100 mm à la base , et de 80 mm au sommet et de 5mm de hauteur après avoir enlever le moule et l'appliquée de 25 coups dans 15 seconds à la table à choc le diamètre de la galette est mesuré 4 fois le long des lignes gravés sur la table d'écoulement.

La moyenne de ces 4 mesures est l'écoulement final mesuré  $F_m$  (exprimé par mm à l aide d'un pied à coulisse) qui est employé pour le calcul de l'écoulement F (voir l'explication dans schéma).



**Table à secousses**

L'expression pour calculer la valeur de l'écoulement F est la suivante :

$$F = ((F_m - F_i)/F_i) * 100 \quad \text{exprimer en \%}$$

Avec  $F_m$  : est l'écoulement final mesuré qui correspond à la moyenne des quatre moyennes

$F_i$  : est écoulement initial qui correspond au diamètre des moules (100 mm)

➤ *Les bons rapports de l'écoulement de ciment et de l'eau dans les mortiers sont représentés dans le tableau suivant :*

Mesures Ciments	L'eau de gâchage	1 <sup>er</sup>	2 <sup>ème</sup>	3 <sup>ème</sup>	4 <sup>ème</sup>	Moyenne $F_m$ (mm)	L'écoulement F (%)
CPA	202	202	209	213	213	209.25	109.25
CPA+Pz grise	208	212.25 217	215 210	207 209	217 212	212.81 212	112.45
CPA+Pz marr	212	213 212	208 215	211 213	209 213.6	210.25 213.4	111.82
CPA+Pz jaune	220	215 213	216 208	208 214	208 206	211.75 210.25	111

❖ **L'indice de conditionnement de l'eau (W.R.I)**

L'indice de conditionnement de l'eau (W.R.I exprimé en %) est calculé comme suite :

Préparation au moins de deux échantillons de mortier par un temps d'essai

$$W.R.I = (F_{poz} / F_{CPA}) * 100$$

$F_{poz}$ : mouillé la proportion de ciment du mortier de pouzzolane de ciment pour avoir un écoulement de  $110 \pm 5\%$ .

$F_{CPA}$ : mouillé la pouzzolane de ciment du mortier de ciment de référence pour avoir un écoulement de  $110 \pm 5\%$ .

Le W.R.I. est un indicateur important de qualité de pouzzolane parce que généralement plus le W.R.I est haut plus la force ou l'indice de réactivité de Pouzzolane est faible.

Les pourcentages obtenus quand le calcul du W.R.I. ne sera pas confondu avec les pourcentages rapportés par la méthode de besoins d'approvisionnement en eau (telle qu'en 196-3) qui est basée sur une certaine profondeur d'impression de l'aiguille de Vicat dans la pâte de l'échantillon.

➤ *Les résultats de F et de W.R.I des 3 ciments préparés:*

Mesure Eléments	$F_{CPA}$	$F_{PZ}$	W.R.I
CPA+ pz grise	109.25	112.45	102.92
CPA+ pz marron	109.25	111.82	102.35
CPA+ pz jaune	109.25	111	101.60

Les résultats pour le W.R.I. sont évalués comme suit :

**W.R.I. > 100 %** L'échantillon de pouzzolane augmente (détériore) la condition de l'eau de CPA

**W.R.I. = 100 %** L'échantillon de pouzzolane a la même condition de l'eau que CPA

**W.R.I. < 100 %** L'échantillon de pouzzolane abaisse (s'améliore) la condition de l'eau de CPA

✓ Alors dans notre cas l'échantillon de pouzzolane augmente la condition de l'eau de CPA.

## 2. Confection des éprouvettes :

Les éprouvettes doivent être moulées immédiatement juste après avoir un bon résultat de l'étalement du mortier sur la Table à secousses (schéma précédent).

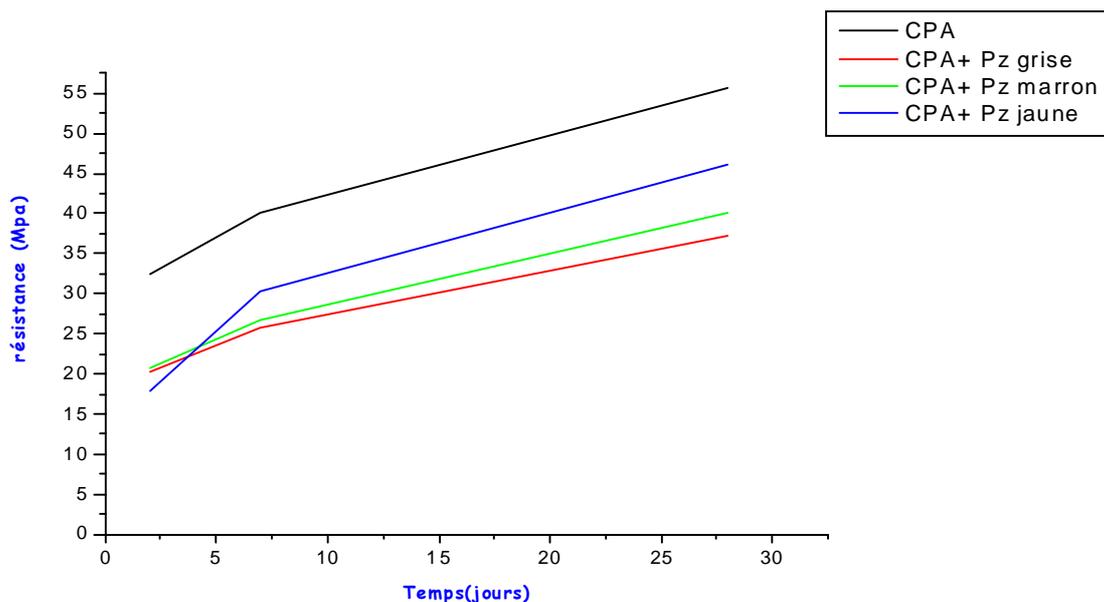
Pour réaliser cette tâche nous fixons le moule, sa hausse sur la table à chocs et nous divisons le mortier en deux parties, puis chaque partie en trois couches égales. Après nous introduisons chacune dans un compartiment de moule et nous étalons le mortier à l'aide d'une raclette.

Ensuite, nous serrons la première partie de mortier par 60 chocs et nous introduisons la seconde partie de mortier, tout en nivelant avec la petite raclette, nous serrons à nouveau par 60 chocs. Enfin les éprouvettes sont introduites dans une armoire humide de 95% à température de  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ . Après 24h on démoulant puis on les introduit dans l'eau de l'armoire afin de séjourner pour des analyses ultérieures. Ces éprouvettes subissent une flexion et une compression pour déterminer leurs résistances, la casse de ces derniers s'effectue pour les âges suivant : 2 jours, 7 jours et 28 jours. L'opération s'effectue à l'aide d'une presse à piston de pression et les valeurs de la résistance sont affichées en MPa.

➤ Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Référence	Ages	Résistance à la compression				moyenne
CPA	28 J	32.25	31.96	33.08	32.60	32.47
CPA+Pz grise		18.70	20.09	22.45	19.62	20.21
CPA+pz marron		23.07	20.24	20.32	19.35	20.74
CPA+Pz jaune		18.66	16.97	19.23	16.37	17.80
CPA	7 J	39.28	40.86	40.26	40.30	40.17
CPA+Pz grise		26.02	25.29	26.35	25.12	25.69
CPA+pz marron		28.00	28.72	29.37	28.79	26.72
CPA+Pz jaune		29.53	31.43	29.29	31.29	30.38
CPA	2 J	56.23	57.92	54.35	54.39	55.72
CPA+Pz grise		38.46	38.70	35.14	37.06	37.34
CPA+pz marron		43.36	38.14	43.11	42.12	41.68
CPA+Pz jaune		46.90	47.97	45.38	46.95	46.80

Les résultats de ce tableau sont représentés dans le graphe suivant :



### Vitesse d'évolution des résistances mécanique en fonction de différent type des pouzzolanes

#### Interprétation :

Ce graphe représente l'évolution de la résistance à la compression des mortiers contenant les différents types des pouzzolanes naturelles. Selon cette courbe on remarque que ces mortiers donnent des résistances qui restent toujours inférieures à celle de référence et cela à tous les âges

Au jeune âge (2 jours), les résistances des ciments pouzzolaniques sont faibles par rapport à celle du CPA, surtout avec la pouzzolane jaune, mais à long terme ce ciment développe une résistance très importante en comparaison à celle des autres ciments. Ceci est attribué à l'activité pouzzolaniques qui est lente au jeune âge et qui se développe à long terme.

Les ciments élaborés avec la pouzzolane grise et marron développent des résistances faibles par rapport à celle de la référence à court et à long terme.

Par contre le ciment élaboré avec la pouzzolane jaune, présente une bonne résistance mécanique à long terme ceci est attribué à l'activité des constituants ( $\text{SiO}_2$  réactive) que contient cet ajout. Ces constituant ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , ...) consistent à fixer la portlandite par  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  libéré par l'hydratation du CPA pour donner naissance à des silicates de calcium hydraté (C-S-H) supplémentaires qui doivent occuper un espace important dans la matrice cimentaire et contribuer ainsi au développement de la résistance.

La chute des résistances pour les ciments avec la pouzzolane grise et marron peut être attribuée à la quantité insuffisante de libérée au cours de l'hydratation du CPA et par conséquent à des réactions chimiques incomplètes.

### **3. Indice de réactivité de Pouzzolane**

La base pour l'évaluation de la qualité de pouzzolane est la résistance à la pression après 28 jours de tous les échantillons de mortier. Le temps d'essai est 2 ou 7 jours ou en retard 28 jours, est très utile pour l'interprétation de données mais non obligatoire.

Tous les résultats de résistance à la pression seront la moyenne d'au moins de 2 échantillons témoin mesurés.

L'indice de réactivité de Pouzzolane (I.R.P. exprimé par %) est calculé comme suit :

$$I.R.P = (R_{POZ}/R_{CPA}) * 100$$

Avec:  $R_{POZ}$  = résistance à la pression du ciment de pouzzolane en (MPa)

$R_{CPA}$  = résistance à la pression du ciment de référence en (MPa)

➤ Pour l'évaluation finale du I. R. P et la qualité de pouzzolane, on se sert de l'arrangement employé sur le tableau suivant :

I.R.P.	Qualité de pouzzolane
> 100%	Excellent
92-100 %	Très bien
83-91 %	Bien
74-82 %	Suffisant
65-73 %	Mauvais
< 65	Très mauvais

➤ Les résultats obtenu pour ces déférant ciments sont :

➤

	I.R.P	Qualité de pouzzolane
CPA+ Pz grise	67.01	mauvais
CPA+ Pz marron	74.80	Suffisant
CPA+ Pz jaune	83.99	Bien

## V. Conclusion :

Cette étude nous a permis de suivre l'évolution de la résistance mécanique du ciment en fonction de différents types des pouzzolanes

D'après les résultats obtenues de cet essaie nous avons pu déterminer la qualité des différentes ciments préparés avec différente type de pouzzolane. Cette différence ne se manifeste pas seulement au niveau de leurs couleurs mais aussi au niveau de leurs compositions chimiques ainsi leurs réactivités et par suite leurs qualités. Et nous avons trouvé que le ciment préparé avec la pouzzolane jaune présente les meilleurs résultats au niveau de résistance et par suite la qualité de produit préparer.

## Conclusion générale

**Le procédé de fabrication de ciment consiste à suivre le produit depuis matières premières jusqu'à l'expédition, en effectuant tous les types d'analyses physicochimique, c'est là où se domine le rôle du service contrôle qualité.**

**L'objectif de notre étude expérimentale consiste, à étudier l'influence de différent type de pouzzolane sur l'évolution des résistances mécaniques du ciment. Ainsi nous avons pu déterminer la qualité des trois pouzzolanes en fonction des résultats obtenue.**

**D'après ces résultats la pouzzolane jaune présente les objectifs souhaités, d'une part pour le gain financier de l'entreprise, on diminuant le pourcentage d'utilisation du clinker tout en conservant la qualité physique et mécanique, d'autre part l'utilisation d'un ajout cimentier naturel tel que la pouzzolane, permet de réduire les émissions des gaz ( $\text{CO}_2$ ), généré lors de la production du clinker, et par conséquent on arrive à produire un ciment non polluant et durable sur le plan environnementale.**

# BIBLIOGRAPHIE

- Documentations des modes opératoires ITO-LAB-1-02.
- PFE : BENMANSOUR Samir (2006) effectué à holcim Fès sous « thème modélisation d'un élément traceur de pouzzolane dans le ciment ».
- BESSA, JP. BIGAS & JL. GALLIAS, "Influence des additions minérales naturelles et industrielles sur les principaux paramètres de formulation de mortiers", XXI<sup>ème</sup> Rencontres Universitaires de Génie Civil, 2003.
- P. TIKALSKY & RL. FREEMAN, "The effect of pouzzolan and slag on the resistance of concrete", Master's thesis, University of Texas, 1998.
- [www.holcim.com](http://www.holcim.com)
- [www.wikipedia.com](http://www.wikipedia.com)
- [www.google.com](http://www.google.com)