Année Universitaire : 2011-2012

Master Sciences et Techniques GMP

Génie des Matériaux et des Procédés

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

Détermination quantitative des constituants du ciment de quatre composants

Présenté par:

ZERROUK Najoua

Encadré par:

- **EL HAJJI Zouhir (Société HOLCIM)**
- **HAZM Jamal Eddine (FST Fès)**

Soutenu Le 21 Juin 2012 devant le jury composé de:

- **Pr. HAZM Jamal Eddine, PES, FST- Fès**
- **Pr. BOULAHNA Ahmed, PES FST- Fès**
- **Pr. OULMEKKI Abdellah , PES FST- Fès**
- **Pr. ZEROUALE Aziz, PES FST- Fès**

Stage effectué à : HOLCIM Fès

2011/2012

Master Sciences et Techniques : Génie des Matériaux et des Procédés

Nom et prénom: ZERROUK Najoua

Titre: Détermination quantitative des constituants du ciment de quatre composants

Résumé

Un des arguments souvent avancé en faveur de l'utilisation des ajouts minéraux est qu'ils permettent d'économiser de l'énergie et de préserver les ressources naturelles comparées au ciment Portland. Cet argument est en partie juste, mais le principal argument en faveur de l'incorporation de ces matériaux dans les mortiers et bétons est en réalité qu'ils apportent des avantages techniques considérables.

En effet, les ajouts minéraux tels que : La pouzzolane, les cendres volantes, le gypse et les fillers de calcaire, ont un apport bénéfique sur les propriétés de durabilité des mortiers et bétons réalisés à base de ciments avec ajouts.et par conséquence la détermination précise des teneurs de ces ajouts et du clinker entrant dans la fabrication des ciments est indispensable. La détermination de la teneur en clinker est très importante vu que ce dernier présente le constituant de base des ciments Portland et qui leur assure leurs caractéristiques principales, à savoir leur hydraulicité.

Le but de ce travail expérimental est de déterminer les teneurs en clinker et en ajouts entrant dans la fabrication des ciments Portland par une nouvelle méthode chimique. Les résultats obtenus vont nous permettre de réaliser une étude statistique, à l'aide de laquelle on détermine les pourcentages d'écart entre les teneurs des constituants du ciment déterminés par voie chimique, et les teneurs élaborés par les doseurs ; et ce afin d'apporter des corrections au niveau des doseurs.

Mots clés: Ciment, clinker, ajouts minéraux, constituants du ciment, pouzzolanes, cendres volantes, gypse, calcaire.

Liste des abréviations

CIMA : Cimenterie Maghrébine

CIOR : Cimenterie de l'Oriental

ODI : Office pour le développement industriel

BPE : Société national des matériaux de construction

BPE : Béton prés à emploi

CV : Cendres volantes

Pzz : Pouzzolanes

P+V+C : Pouzzolanes, cendres volantes et fillers siliceux

PAF : Perte au feu

CPJ : Ciment Portland aux Ajouts

BCS : Bétons à caractéristiques spécifiées

BCN : Bétons à Caractéristiques Normalisées

Dédicace

A mes très chers parents, votre affection, votre soutien et vos encouragements inconditionnels m'ont toujours épaulée,

A l'âme de mon grand père

A mes chers frères

A tous mes professeurs

Aux étudiants du Master G.M.P

A tous mes amis

A tous ceux qui me sont chers

Et à tous ceux qui ont contribué à sa réalisation

Je dédie ce modeste travail

Remerciement

Au terme de ce travail, j'ai le plaisir d'exprimer mes profonds remerciements et ma sincère gratitude à toutes les personnes qui m'ont aidé à réaliser ce stage et envers qui je me sens reconnaissante

Mes remerciements vont également à :

- *Mr. KADOURI Salim, directeur général de HOLCIM FES, qui a bien voulu m'accueillir au sein de sa société.*
- *M. Zouheir EL HAJJI pour les conseilles qu'il m'a accordé, et qui n'a épargné aucun effort pour me porter aide et assistance le long de la réalisation de ce modeste travail.*
- *Je remercie particulièrement Mr AYADI Abdelaziz qui a mis à ma disposition son expérience, son savoir et son précieux temps, afin de me guider.*
- *J'adresse également mes plus vifs remerciements au Pr. Jamal Eddine HAZM mon professeur encadrant à la faculté des sciences et techniques, qui n'a cessé de me prodiguer ses conseils et qui m'a aidée pour la réussite de ce travail.*
- *Je présente également mes sincères remerciements et reconnaissance à tout le personnel de la Société HOLCIM de Ras-El-Ma pour sa sympathie et son aide.*
- *Ma gratitude et estime au corps professoral compétant de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, et spécialement aux professeurs du département de chimie.*

Sommaire

Introduction Générale 1

Partie I: Présentation de la société HOLCIM

I. HOLCIM MAROC 3

1.Historique de HOLCIM Maroc 3

2.Fiche signalétique 4
3.Situation géographique des sites de production 4
4.Activité principale de HOLCIM Maroc 5
II. HOLCIM Fès 8
1.Présentation de HOLCIM Fès 8
2.Organigramme hiérarchique de l'usine FES: 9
3.Services.....10

Partie II: Synthése Bibliographique

Chapitre I:Procédés de fabrication du ciment 11
I. Définition du ciment 11
II. Historique du ciment..... 11
III. Procédés de fabrication du ciment 12
1.Extraction et concassage.....13
2.Broyage du cru 15
3.Dépoussiérage.....15
4.Homogénéisation de cru 15
5.Préchauffage 15
6.Four rotatif 16
7.Refroidisseur à clinker 17
8.Silos à clinker 17
9.Broyage et stockage du ciment 17
10.Conditionnement et expédition 18
Chapitre II:Les constituants du ciment.....19
I. Les matières premières 19
1.Calcaire 19
2.Argile 19
3.Schistes 20
4.Minerai de fer 20
II. Le clinker..... 20
1.Définition 20
2.Compositions du clinker 21
A. Composants majeurs 21
B. Composants mineurs 23

3.Critères chimique et minéralogique du clinker 24
III. Les ajouts 25
1.Calcaire.....26
A. Composition minéralogique 26
B. Utilisation 26
2.Cendres volantes.....26
A. Les cendres volantes de classe F 27
B. Les cendres volantes de classe C..... 27
C. Effet des cendres volantes 28
3.Pouzzolane.....28
A. Définition 28
B. Types de pouzzolane..... 29
C. Effet de la pouzzolane 29
4.Gypse 30
Chapitre III:Caractéristiques physico-chimiques du ciment 31
I. La prise 31
II. Le durcissement..... 31
III. La finesse de mouture (finesse de Blaine) :..... 34
IV. Stabilité de volume : 34

Partie III: Partie expérimentale

Chapitre I : Détermination quantitative des constituants du ciment de quatre composants 35
I. Introduction 35
II. Objectif..... 35
III. Analyses chimiques utilisées 36
1.Résidus insoluble 36
2.Perte au feu : PAF.....38
3.Taux d'humidité 39
4.Protocole de détermination des constituants du ciment 39
IV. Résultats et interprétations 42
1.Détermination des teneurs des constituants du ciment par voie chimique 42
2.Validation de la nouvelle méthode 46
3.Contrôle de fiabilité des doseurs 46
Chapitre II : Efficacité du silo d'homogénéisation.....55

I. Introduction 55
II. Méthodologie de travail 56
1.Prélèvement des échantillons 56
2.Calculs 57
III. Résultats et interprétations:..... 58
Conclusion..... 60
Annexe
Référence Bibliographique

Introduction Générale

L'industrie marocaine du ciment a constamment répondu au développement quantitatif des besoins et à l'évolution quantitative du marché grâce à la modernité de ses centres de production et par l'ouverture de son capital à l'investissement privé national et étranger. Le secteur Marocain compte 5 grandes groupes qui exploitent un total de 15 usines pouvant produire annuellement plus de 12 Millions de tonnes, dont le Groupe HOLCIM (Maroc) qui est un leader dans ce secteur.

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. Cette tendance haussière de la consommation devrait se poursuivre pour passer du niveau actuel de 350 Kg/habitant/an à celui de la plupart des pays du bassin Méditerranéen situé entre 500 et 600 Kg/habitant/an.

En effet, le marché étant devenu très exigent, les producteurs ont été forcé à satisfaire les besoins du marché en offrant, un produit spécifique avec un rapport Qualité / Prix adéquat.

Et par conséquence, la qualité est devenue un souci pour les producteurs avant de l'être pour les consommateurs. La non qualité coûte d'autant plus chère qu'elle est détectée tardivement. Les conséquences sont toujours au détriment du fournisseur, d'où l'intérêt de maîtriser la qualité le plus en amont possible.

Pour assurer cette qualité une détermination précise des pourcentages de constituants entrant dans la fabrication du ciment (clinker, et ajouts : Gypse, calcaire, pouzzolane, cendres volants) est indispensable. Ainsi notre travail sera divisé en 2 parties :

La première partie sera consacrée à la détermination quantitative des constituants du ciment de quatre composants, ce qui nous permettra de déterminer les pourcentages des constituants du ciment par voie chimique conduisant à la vérification de l'efficacité des doseurs.

La deuxième partie traitera l'efficacité du silo d'homogénéisation et qui s'intéressera au fonctionnement du silo d'homogénéisation ainsi qu'à son efficacité pour la production d'un cru répondant aux normes marocaines exigées.

Le plan adopté pour ce présent travail est le suivant :

- Description générale de la société HOLCIM et de ses différentes activités ;
- Revue bibliographie, dans laquelle on traitera les ciments, leurs procédés de fabrication, leurs caractéristiques physico-chimiques, les matières premières et les ajouts entrants dans sa fabrication.
- Partie expérimentale, dans laquelle on va présenter nos deux parties: Détermination quantitative des constituants du ciment de quatre composants et l'efficacité du silo d'homogénéisation.

I. HOLCIM MAROC

1. Historique de HOLCIM Maroc

- ***1972:*** Les gouvernements marocain et algérien décident de construire une cimenterie à Oujda, sous le nom de la Cimenterie Maghrébine (CIMA). Son capital social est de 75millions de dirhams, réparti à égalité entre l'Office pour le Développement Industriel (ODI) et la SNMC, organismes représentant respectivement le Maroc et l'Algérie. Le projet CIMA fut mis en veilleuse et placé sous administration provisoire à cause du retrait algérien de l'opération en 1975 ;
- ***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 ;

- ***1990:*** Début des travaux pour la réalisation d'une ligne complète de production de clinker à Fès et lancement de l'activité BPE 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 1,9million de tonnes par an.
- ***2001:*** Certification ISO 9 001 et ISO 14 001 de la cimenterie de Fès ;
- ***2007 :*** Démarrage de l'usine de Settat portant une capacité de production de 1,7 million de tonnes de ciment par an ;
- ***2008:*** Lancement du projet de doublement de capacité de production de l'usine de Fès. Certification ISO 9 001 et ISO 14 001 du centre de Nador ;
- ***2010:*** Lancement du projet de doublement de la capacité de production clinker de la cimenterie de Fès [1].

2. Fiche signalétique :

La fiche signalétique du groupe HOLCIM est présentée comme suite [3]:

Président du Conseil de Surveillance:	Youssef ENNADIFI
Président du Directoire:	Dominique DROUET
Directeur Administratif et Financier:	Nater CEDRIC
Siège Social :	Avenue Annakhil Hay Riad BP: 2298 – Rabat
Téléphone :	(212) 037 68 94 35-23 / 037 71 02 02
Fax :	(212) 037 71 66 97
Site Internet :	www.holcim.ma
Commissaires aux Comptes :	KPMG / Ernst & Young
Personne(s) à contacter par les actionnaires :	Claude RUTTIMANN
Adresse mail-contact	cedric.nater@holcim.com
Comptes Approuvés par AGO du :	16 avr. 2008
Secteur d'Activité :	Bâtiment & Matériaux de Construction
Date de constitution :	01 janv. 1976
Date d'introduction :	21 déc. 1993
Capital Social :	421 000 000,00 MAD

3. Situation géographique des sites de production :

HOLCIM (Maroc), groupe cimentier national présent dans différentes régions du Maroc depuis 1978. La figure 1 présente la répartition des usines HOLCIM à l'échelle nationale [2].

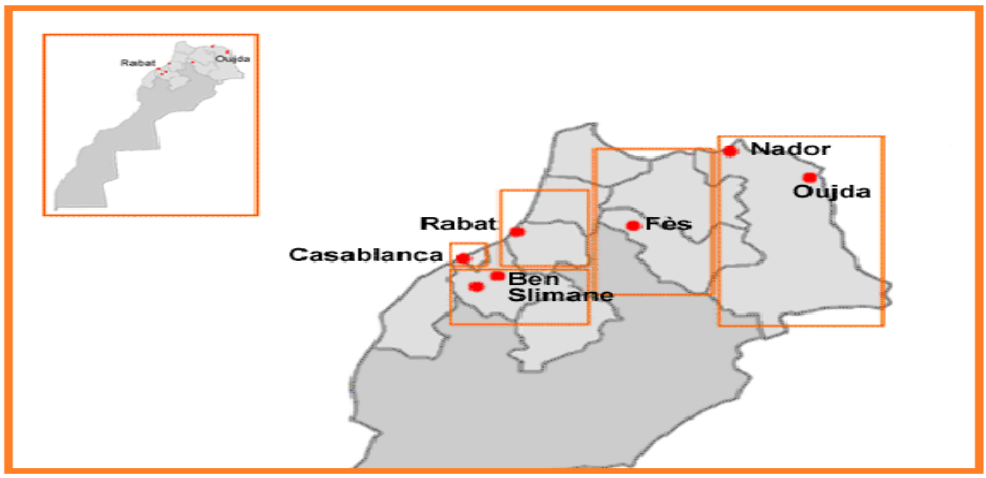


Figure 1 : Les différents sites de HOLCIM-Maroc

- **OUJDA:** Cimenterie intégrée crée en 1979 et produit 1500 000t/an.y
- **FES:** Usine de production de ciment à RASSE EL MA réalisant d'excellents résultats en matière de productivité. Elle est automatisée grâce à un laboratoire de contrôle automatique. Centre de broyage et d'ensachage FES est approvisionné en Clinker depuis l'usine de RASSE EL MA.
- **CASABLANCA:** Centre d'ensachage. Il reçoit du ciment par voie ferrée et assure sa distribution sur la zone Rabat-Casablanca.
- **NADOR :** Un centre de broyage et d'ensachage qui utilise un nouveau procédé de fabrication appelé broyage séparé. Les produits fabriqués sont les ciments broyés à ajout de pouzzolane CPJ35.
- **BENSLIMANE:** Usine avec une carrière située sur les gisements calcaires de L'OUEDCHERRAT, à proximité des marchés de Rabat et de Casablanca.
- **SETTAT:** La cimenterie a été réalisée et mise en service par étapes. La ligne de fabrication Clinker, qui constitue la dernière tranche de l'usine a été mise en service en juillet 2007.

Pour choisir un site, il faut prendre en conscience les enjeux des paramètres suivants:

- ✓ La disponibilité des matières premières en quantité et qualité.
- ✓ La possibilité d'alimentation en eau et en énergie électrique.
- ✓ La qualité des terrains de point de vue fondation et écoulement de la production et l'approvisionnement de la cimenterie [2].

4. Activité principale de HOLCIM Maroc :

A. Ciment

Le ciment est l'une des activités principales de HOLCIM (Maroc).Elle 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).

HOLCIM produit 3 types de ciment : CPJ 35, CPJ 45 et CPJ 55.

- ***CPJ 35 : (Ciment Portland aux Ajouts 35)***

C'est un ciment portland composé, dont les principaux constituants sont le clinker, le gypse et d'autres ajouts tels que les cendres volantes, les pouzzolanes ou les fillers siliceux.

La classe de résistance du CPJ 35 donne un produit particulièrement adapté 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 également utilisable dans le domaine routier pour la stabilisation des sols et des couches de chaussées.

- ***CPJ 45 : (Ciment Portland aux Ajouts 45)***

Le CPJ 45 est un ciment portland composé, dont les constituants principaux sont le clinker, le gypse et les ajouts dont le total ne dépasse pas les 35%.

La classe de résistance de 45 MPA 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)***

Le ciment CPJ 55 est un ciment portland artificiel composé essentiellement de clinker, gypse et ajouts.

La classe de résistance de 55 MPA et les résistances élevées à jeune âge du CPJ 55 lui confèrent l'aptitude à être utilisée 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.

B. Béton

Le béton est le matériau de construction le plus utilisé dans le monde.

HOLCIM Bétons, filiale à 100% de HOLCIM (Maroc), produit du béton prêt à l'emploi (BPE) dans des unités appelées centrales à béton et assure le transport du BPE jusqu'au lieu d'utilisation dans des camions malaxeurs.

HOLCIM Bétons, est présenté sur le marché de l'Oriental, du Centre et du Centre-Nord avec 10 centrales (1 à Fès, 1 à Nador, 1 à Settat, 2 à Rabat, 2 à Tanger, et 3 à Casablanca).

Elle propose une gamme de bétons répondant aux attentes de ses clients (bétons normalisés et bétons spéciaux). HOLCIM 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.

HOLCIM produit différents types de bétons :

Bétons spéciaux :

Ce sont des bétons qui n'ont pas été prévus par la norme, mais qui sont expressément demandés par les clients, ce sont principalement des:

- Bétons à résistances (B35, B25, B20) ;
- Bétons à remblayage ;
- Mortiers.

Bétons à Caractéristiques Spécifiées (BCS) :

Ces Bétons à caractéristiques spécifiées conformes à la norme NM 10.1.011 sont désignés par toutes les données précisant leurs compositions ou leurs caractéristiques particulières répondant à une spécification du client (dosage, coloration.). Ce sont des bétons bénéficiant d'une garantie de résistance nominale à la compression (de 13 MPa à 30 MPa).

Bétons à Caractéristiques Normalisées (BCN) :

- Bétons à fibres de polypropylène : Bétons spécialement étudiés pour limiter la microfissuration de surface.
- Bétons colorés : Bétons de couleur distincte de la couleur usuelle du béton.
- Bétons prêts à l'emploi autoplaçants : Bétons fabriqués en usine puis transportés et livrés sur chantier.

C. Granulats

HOLCIM (Maroc) a démarré en 2002 l'activité granulats avec la filiale HOLCIM Granulats qui exploite une carrière dans la région de Benslimane.

D. Traitement de déchets (Ecoval)

La plateforme de gestion de déchets Ecoval a démarré ses activités en juin 2007 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. HOLCIM Fès :

Figure2 : L'usine HOLCIM RASSE EL MA

1. Présentation de HOLCIM Fès :

L'usine, qui a été mise en service en 1993, 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 elle a procédée au lancement d'un projet de doublement de sa capacité de production de clinker, avec un coût global de 1,438 Mdhs. Le projet qui sera opérationnel en 2012, permettra

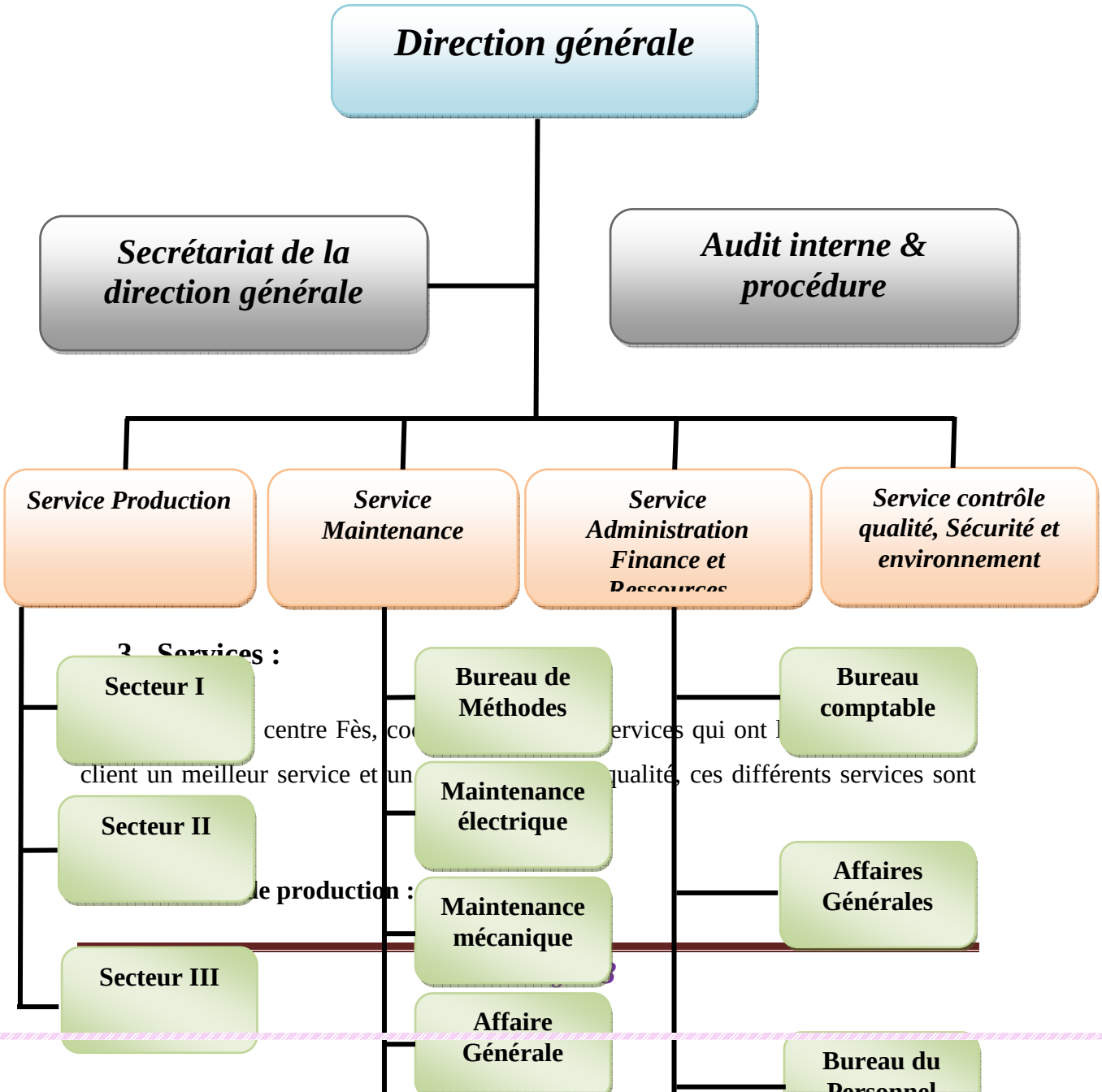
ainsi de produire 860.000 tonnes de clinker, au lieu de 430.000 tonnes actuellement, soit l'équivalent de 1.200.000 tonnes de ciment.

L'usine s'étend sur 230 hectares et produit actuellement trois type de ciment : le CPJ 35, 45 et 55.

Le site bénéficie de plusieurs avantages, entre autres :

- La disponibilité des matières premières en quantité et en qualité.
- La possibilité d'alimentation en eau et en énergie électrique.
- La qualité des terrains du point de vue fondation et écoulement de la production et l'approvisionnement de la cimenterie [5].

2. Organigramme hiérarchique de l'usine FES:



3. Services :

centre Fès, co ervices qui ont l
client un meilleur service et un qualité, ces différents services sont

le 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 revêtit une très grande importance au sein du Centre Fès, ce service a pour mission principale le contrôle de la qualité du produit fini à savoir la finesse du ciment et sa composition 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.

- **Service Sécurité et environnement** :

Conformément à l'engagement de HOLCIM Maroc dans le développement durable, tous les sites de production ont adoptés les normes environnementales convenables en prenant exemples sur les normes Européenne en vigueur. HOLCIM répond à cette volonté en mettant en œuvre tous les moyens pour préserver et protéger l'environnement et prévenir les nuisances.

Les démarches ISO 9001 et ISO 14001 ont été mises en place respectivement dans les usines de Fès Ras El Ma et Oujda en 2000 et 2002, et ce pour recevoir les certificats officiels de conformité du Système de Management Intégré (SMI) Qualité et Environnement aux standards ISO 9001 et 14001 respectivement. L'objectif est de garantir la maîtrise continue de la qualité des produits et services de HOLCIM (Maroc) [3].

Chapitre I:Procédés de fabrication du ciment

I. Définition du ciment :

Le ciment est un liant hydraulique pulvérulent formant avec l'eau ou avec une solution saline une pâte plastique liante, capable d'agglomérer, en durcissant, des substances variées. Il désigne également, dans un sens plus large, tout matériau interposé entre deux corps durs pour les lier [7].

II. Historique du ciment :

Dans le foisonnement des découvertes du 18éme siècle, des inventions relatives à la fabrication des liants ont été plus ou moins simultanées, aussi bien en Europe qu'en Amérique.

En 1750, l'ingénieur anglais John Sweaton, chargé de construire le phare d'Eddystone, en Cournailles, fait de nombreux essais à partir de différents calcaires, tufs et gypses, à l'eau douce et salée. Il découvre alors, que pour le but qu'il poursuit, la meilleure chaux hydraulique est obtenue à partir d'un calcaire renfermant une quantité importante de matière argileuse.

Vers 1812, le Français Luis Vicat montre que pour obtenir des chaux hydrauliques, il était nécessaire que la matière première utilisée contienne une certaine quantité d'argile. Il donne au rapport des quantités d'argile et de chaux le nom d'indice d'hydraulicité. Tirant les conclusions de ses recherches, Louis Vicat préconise la cuisson d'un mélange en proportions convenables de chaux et d'argile. Il devient donc à la fois l'inventeur des chaux hydrauliques artificielles et le père des ciments portland artificiels.

En 1824, l'industriel anglais John Aspdin, prend le premier brevet de fabrication du ciment, produit par cuisson d'un mélange artificiel de deux composants : le calcaire et l'argile, en proportion de 3 pour 1.

Ce matériau est baptisé ciment Portland soit en raison de la localité d'où il provient, soit par analogie du ciment durci avec la pierre de Portland, ou bien par référence à l'étage géologique (le portladien).

III. Procédés de fabrication du ciment :

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) à environ 900°C.

Ce processus appelé calcination est suivi de la cuisson du clinker ou clinkérisation pendant laquelle l'oxyde de calcium réagit à haute température (en général entre 1400 et 1500°C) avec la silice, l'alumine et l'oxyde ferreux pour former des silico-aluminates de calcium composant le clinker.

Celui-ci est ensuite broyé et mélangé avec du gypse et d'autres constituants, ce qui permet d'obtenir le ciment.

Il existe quatre grands procédés de fabrication du ciment : la voie sèche, semi-sèche, semi-humide et humide.

- Dans la voie sèche, les matières premières broyées et séchées forment le cru ou la farine qui y a l'aspect d'une poudre fluide. Le cru est ensuite introduit dans le préchauffeur ou le précalcinateur du four ou plus rarement, dans un four tubulaire long en voie sèche.

- Dans la voie semi-sèche, la farine mélangée à de l'eau forme des granules qui sont introduits dans un préchauffeur à grilles situé en amont du four ou dans un four long équipé de croisillons.

- Dans la voie semi-humide, la pâte est d'abord débarrassée de son eau dans des filtres-presses. Le gâteau de filtre-presse est ensuite extrudé sous forme de granules et introduit dans un préchauffeur à grilles ou directement dans un sécheur pour la fabrication du cru.

- Dans la voie humide, les matières premières (dont la teneur en humidité est souvent élevée) sont broyées dans l'eau pour former une pâte pouvant être pompée. Elle est ensuite introduite directement dans le four ou peut passer auparavant dans un sécheur.

Ces procédés ont en commun toutes les étapes suivantes :

- L’extraction et le concassage des matières premières ;
- Le broyage du cru;
- La cuisson du clinker ;
- Le broyage et stockage du ciment ;
- Le conditionnement et l’expédition.

A HOLCIM, le ciment est fabriqué par voie sèche selon les étapes précitées :

1. Extraction et concassage:

L'extraction consiste à extraire les matières premières vierges (comme le calcaire et l'argile) à partir des carrières naturelles à ciel ouvert. Ces matières premières sont extraites des parois rocheuses par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique. La roche est acheminée par des dumpers ou des bandes transporteuses vers un atelier de concassage.

Le concasseur utilisé est à double marteau, avec un débit de 400 t/h, il permet de réduire la taille de la matière première à une granulométrie inférieure à 25 mm.

Les matières premières doivent être échantillonnées, dosées et mélangées de façon à obtenir une composition régulière dans le temps.

La prise d'échantillons en continu permet de déterminer la quantité des différents ajouts nécessaires (oxyde de fer, alumine et silice).

A. Origine des matières premières :

Le calcaire est extrait depuis la carrière à coté de l'usine, il contient majoritairement de la calcite $CaCO_3$. L'alumine Al_2O_3, la silice SiO_2, et la ferrite Fe_2O_3 sont en général apportés par l'argile (Silice, Alumine), le schiste (Silice) et le minerai de fer (Fer).

B. Préparation des matières premières :

Le calcaire, le schiste, l'argile, le minerai de fer, le fluorine concassés alimentent une « sauterelle » située juste à la sortie du concasseur par un transporteur à courroie permettant ainsi de faire cinq stocks séparés.

Des échantillons des matières premières sont prélevés lors de la constitution des tas dans une station d'échantillonnage, ces échantillons sont analysés au niveau du laboratoire de l'usine. En fonction des résultats de ces analyses, le mélange des différentes matières se fait de manière automatique par des doseurs à bandes pilotées à partir du laboratoire par un système de gestion du cru QCX réalisé par le chimiste posté.

La recherche d'une plus grande régularité dans le dosage des constituants conduit fréquemment à l'utilisation d'une installation de préhomogéneisation (type longitudinale ou polaire), dans laquelle la matière est déposée en nombreuse couches successives sur un tas et reprise perpendiculairement au sens de la dépose de façon à recouper toutes les couches.

C. 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 formules :

- *Formule 1: Taux de saturation en chaux (FSC) :*

Cette équation détermine la quantité de chaux nécessaire pour saturer les trois autres oxydes (SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3).

$$LSF = \frac{CaO \times 100\%}{2{,}8\ SiO_2 + 1{,}18\ Al_2O_3 + 0{,}65\ Fe_2O_3}$$

- *Formule 2: Module silicique (MS) :*

La deuxième équation nécessaire est celle qui détermine la relation entre la quantité de SiO_2 d'une part et la quantité d'Al_2O_3 et Fe_2O_3 d'autre part.

$$MS = \frac{SiO_2}{Al_2O_3 + Fe_2O_3} = \frac{S}{A + F} = 1{,}9 \text{ à } 3{,}2$$

- *Formule 3: Module aluminoferrique (MA) :*

La troisième équation est celle qui détermine la relation entre la quantité d'Al_2O_3 et de Fe_2O_3.

$$MA = \frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3} = \frac{A}{F} = 1{,}5 \text{ à } 2{,}5$$

2. 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.

le broyeur est constitué de deux paires de galets à suspension flottante, ces paires de galets sont entrainées par un plateau de broyage , sous l'effet de la force centrifuge, la matière passe sous les galets, alors que les particules trop lourdes retombent sous le plateau de broyage dans un élévateur à godets qui les recycles dans le broyeur, les particules fines entrainées par le flux de gaz, sont dirigés vers le séparateur monté sur le broyeur, la pression des galets est fournie par un système de vérins hydrauliques.

3. Dépoussiérage:

Le transport de la farine du cru par des aéroglisseurs risque de générer des poussières. Le système de dépoussiérage consiste à éliminer les émissions des poussières par l'utilisation de filtres à manches, ce qui est le cas dans l'usine REM, ou d'éléctrofiltres pour une meilleure protection de l'environnement. A noter que le dépoussiérage n'est pas une opération spécifique à la farine, d'autres ateliers (le broyage du ciment par exemple) comportent des systèmes de dépoussiérage.

4. Homogénéisation de cru

L'opération d'homogénéisation complète le processus de préhomogénéisation préalable, pour obtenir un mélange de composition chimique aussi constante que possible. La farine introduite en continue au sommet du silo est extraite vers la tour du cyclone, le fond du silo est équipé d'éléments poreux généralement constitués de toiles épaisses en polyester montées sur des caissons métalliques à l'intérieur desquels de l'air sous pression est insufflé. Sous l'effet de la fluidisation par l'air et la dynamique du soufflage, s'effectue une mise en mouvement verticale de la masse de la farine.

5. Préchauffage

Le préchauffage permet essentiellement de préparer la farine du point de vue chimique et thermique.

La tour (préchauffeurs) est un ensemble d'étage de cyclones en deux files installés en série, les gaz chauds prévenant du four traversent la tour de bas en haut alors que la matière de haut en bas.

La matière atteint l'entrée du four après 30 à 60 secondes avec une température d'environ 900°C.

Cette préparation consiste à sécher, déshydrater et décarbonater partiellement la matière crue en réutilisant une partie de l'énergie calorifique évacuée par les gaz d'exhaure du four.

Quelque soient les technologies utilisées (préchauffage à cyclones, grilles le Pol…) les préchauffeurs améliorent donc le rendement thermique global de l'installation de cuisson.

L'échange thermique au sein de la tour s'accompagne des effets suivants:

- **100 °C :** Déshydratation de l'eau à l'état libre ;
- **250 °C à 450 °C :** Déshydratation de l'eau de liaison ;
- **450 °C à 620 °C :** Décarbonatation des carbonates de magnésium ;

$$MgCO_3 \longrightarrow MgO + CO_2$$

- **820°C à 900°C :** Décarbonatation des carbonates de calcium.

$$CaCO_3 \longrightarrow CaO + CO_2$$

6. Four rotatif :

La farine provenant de la tour de préchauffage déjà décarbonatée à 90 %, poursuit son parcours dans un four cylindrique rotatif de 3.8 m de diamètre et de 62 m de longueur et dont la vitesse de rotation peut atteindre 2.4 tour /min.

Le four rotatif est conçu pour la cuisson de matières pulvérulentes de faibles dimensions. Le capot de chauffe à la sortie du four est équipé d'un brûleur spécial qui atteint une température maximale d'environ 1450°C.

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 l'inclinaison 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.

Au fur et à mesure de son avancement dans le four, la matière complète sa décarbonatation et se transforme par cuisson jusqu'à ce qu'il devient « clinkérisé ».

La matière qui sort du four est le clinker qui se présente sous forme de grains gris foncés arrondis dont les dimensions sont irrégulières.

Les gaz sortant de la tour de préchauffage passent dans le broyeur cru ou directement dans le filtre à manches dont le décolmatage se fait par contre courant.

7. Refroidisseur à clinker :

Les fonctions du refroidisseur à clinker consistent à abaisser la température du clinker de plus de 1300°C à la sortie du four à environ 100°C. Pour cela, on pulse de l'air tiré de l'atmosphère à travers la grille du refroidisseur, sur laquelle passe le clinker. Ce même air, ainsi préchauffé, alimentera le four en oxygène. Une telle récupération de chaleur assure l'utilisation optimale de l'énergie consommée. Le clinker quitte le refroidisseur sur un transporteur à plaques.

8. Silos à clinker:

Le clinker issu du four est stocké dans des silos qui d'une part, confèrent à l'atelier de broyage ciment (étape suivante) une autonomie de marche en cas d'arrêt intempestif du four et d'autre part, prémunissent le clinker d'une dégradation physico-chimique que causerait un stockage prolongé à l'air libre. L'usine REM possède un silo de charge maximal qui peut atteindre 5000 tonnes.

9. Broyage et stockage du ciment :

A. Broyage du clinker :

Le ciment Portland est obtenu par broyage et mélange de clinker et des sulfates comme le gypse et l'anhydrite, des pouzzolanes naturelles ou artificielles, des calcaires

ou des fillers inertes. Ces constituants sont broyés avec le clinker ou doivent être séchés et broyés séparément.

L'aptitude au broyage, l'humidité et le comportement à l'abrasion des constituants du type de ciment fabriqué sont tous particulièrement important.

B. Stockage du ciment :

Des systèmes de transport mécaniques et pneumatiques peuvent être utilisés pour acheminer le ciment jusqu'aux silos de stockage. En règle générale, les premiers exigent des investissements plus importants que les seconds mais leur coût d'exploitation est bien inférieur. Le système de transport actuellement le plus courant combine le transport pneumatique et des transporteurs à vis sans fin ou à chaînes avec un élévateur à godets.

Les différents types de ciments sont stockés dans des silos différents mais il faut souvent plusieurs silos pour stocker un type donné de ciment. Cependant grâce aux nouvelles conceptions, il devient possible de stocker des ciments différents dans un même silo.

De l'air comprimé injecté par des caissons situés en partie basse du silo permet d'initier et de réaliser l'extraction du ciment.

10. Conditionnement et expédition :

Le ciment est transféré par voies pneumatique et mécanique vers des silos de stockage de plusieurs milliers de tonnes.

L'atelier d'ensachage et de distribution du ciment de l'usine de Fès- RASS EL Ma est conçu pour la livraison des différents types de ciments, en sac ou en vrac sur camions ou wagons. Il comporte trois ensacheuses rotatives : une avec une capacité de 90 t/h et deux avec une capacité de 120 t/h.

Sa distribution se fait par l'intermédiaire de négociants en matériaux de constructions répartis sur un vaste secteur de rayonnement économique avec une forte concentration dans les zones urbaines.

Chapitre II:Les constituants du ciment

I. Les matières premières

Le ciment Portland est obtenu par la cuisson des matières premières qui apportent de la chaux CaO, la silice SiO_2, l'alumine Al_2O_3 et du fer Fe_2O_3.

Le calcaire est la matière première prédominante dans le mélange (le cru) arrive dans le four, environ (75 à 80%). Il contient en majorité de la calcite $CaCO_3$.

Le calcaire n'est pas assez impur pour contenir les quantités adéquates d'oxydes, pour assurer une bonne composition de matières crues pour l'alimentation du four. Par conséquent, il est nécessaire d'ajouter au calcaire d'autres matières qui fourniront les quantités d'oxydes manquantes. Les autres oxydes sont apportés par l'argile, le schiste et le minerai de fer [5].

1. Calcaire :

Le calcaire est défini comme étant des produits obtenus par broyage fin ou par pulvérisation de certaines roches (calcaire, basalte..) naturelles, agissant principalement, grâce à une granularité appropriée, par leurs propriétés physiques sur certaines qualités du ciment (accroissement de maniabilité, diminution de perméabilité et de capillarité, réduction de la fissurabilité…). Sa dureté varie entre 1,8 et 3,0 dans l'échelle de Mohs et sa densité de 2,6 à 2,8 [7].

Le calcaire se compose principalement de carbonate de calcium $CaCO_3$ qui existe sous plusieurs formes polymorphiques : calcite, aragonite et vatérite.

Le calcaire peut contenir aussi SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3 ou le minéral accessoire qui est la dolomite $CaMg(CO_3)_2$. Le calcaire dolomitique contient un mélange de dolomite et de calcite [9].

2. Argile :

L'argile est une roche sédimentaire, composée par une large gamme de minéraux spécifiques, silicates en général d'aluminium plus ou moins hydratés, qui présentent une structure feuilletée qui explique leur plasticité, ou bien une structure fibreuse qui explique leurs qualités d'absorption.

Selon son importance dans la fabrication du ciment Portland, l'argile occupe la deuxième place après le calcaire.

Il intervient dans le ciment par sa composition riche en alumine et silicate.

Les argiles se divisent en plusieurs groupes de minéraux :

- Groupe des Kaolins (Al_2O_3. $2SiO_2$. $2H_2O$)
- Groupe de montmorillonites (Al_2O_3. $4SiO_2$.H_2O. nH_2O).
- Groupe des argiles contenant des alcalins (K_2O.MgO.Al_2O_3.SiO_2.et H_2O).

Sa densité varie de 2 à 2,2. L'hydroxyde de fer est souvent le composant secondaire de l'argile qui lui donne la coloration. L'argile sans impuretés est blanche [8].

3. Schistes :

Le schiste est une roche métamorphique d'origine sédimentaire, 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.

La composition chimique des schistes se repartie essentiellement entre la silice l'alumine et le fer (SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3), le contenu en chaux (CaO) est faible, cependant le contenu non négligeable du soufre est à signaler [8].

4. Minerai de fer :

Le minerai de fer est une roche contenant du fer, généralement sous la forme d'oxydes, comme l'hématite. Les minerais de fer ont une teneur en fer variable selon le minéral ferrifère, Il intervient pour compenser le manque de Fe_2O_3 dans le ciment.

II. Le clinker

1. Définition :

Le clinker est le constituant de base des ciments Portland qui leur assure leur caractéristique principale, à savoir leur hydraulicité, c'est-à-dire leur faculté de durcir par réaction avec l'eau.

Le clinker s'obtient en dosant judicieusement et en combinant à très haute température quatre éléments minéraux majeurs :

- La chaux ou oxyde de calcium (CaO) : 65 %
- La silice (SiO_2) : 20 %
- L'alumine ou oxyde d'aluminium (Al_2O_3) : 10 %
- L'oxyde de fer (Fe_2O_3) : 5 %

2. Compositions du clinker :

A. Composants majeurs :

CaO, $Si0_2$, $A1_2O_3$ et Fe_2O_3 se combinent pour donner en proportions variables les constituants minéraux suivants : [8]

- Silicate tricalcique (C_3S)
- Silicate bicalcique (C_2S)
- Aluminate tricalcique (C_3A)
- Aliminoferrite tétracalcique (C_4AF)

Tableau 1 : Composition minéralogique de clinker

Minéraux	*Formules*	*% Minimum*	*% Maximum*

Silicate tricalcique (C_3S)	**$3CaO, SiO_2$**	**45.0**	**79.7**
Silicate bicalcique (C_2S)	**$2CaO, SiO_2$**	**5.7**	**29.8**
Aluminate tricalcique (C_3A)	**$3CaO, Al_2O_3$**	**1.1**	**14.9**
Aluminoferrite tétracalcique(C_4AF)	**$4CaO, Al_2O_3, Fe_2O_3$**	**2.0**	**16.5**

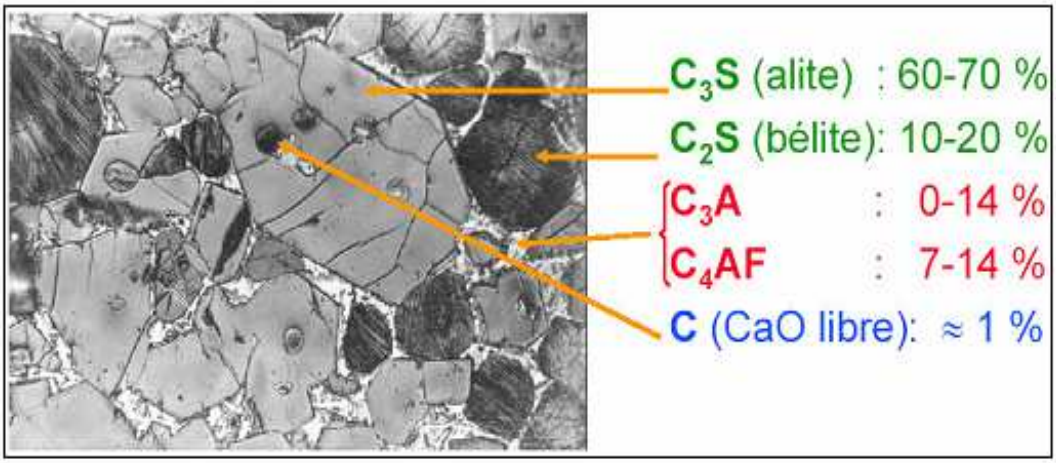


Figure3 : Micrographie de clinker montrant ses quatre cristallines principales

- **Silicate tricalcique (C_3S) :**

Cette phase constitue le composé principal du ciment (50 à 70%). Les cimentiers la désignent par le mot alite qui est une forme impure de C_3S. En effet, le C_3S contient soit en substitution des ions Ca ou Si, soit en insertion dans le réseau cristallin des traces de Mg, Al et Fe. Ces impuretés améliorent généralement la réactivité du ciment. La teneur en impureté dans le C_3S dépend, entre autres, de la nature des matières premières, de la température de cuisson et de mode de refroidissement du clinker. Il est bon de souligner que l'alite confère essentiellement sa résistance au ciment, en particulier à court terme.

- **Silicate bicalcique (C_2S) :**

Le C_2S constitue entre 15 et 30% du ciment Portland. Les cimentiers le désignent par bélite qui est une forme impure de C_2S. Dans le C_2S, on retrouve, en plus du potassium, les mêmes ions étrangers que dans le C_3S, mais ils y sont en plus grande quantité. La bélite fournit au ciment sa résistance à long terme.

Il existe au moins quatre variétés polymorphiques de C_2S (α, ά, β, γ) et leur domaine de stabilité est différent selon le chauffage et le refroidissement. La forme β est celle que l'on rencontre le plus souvent dans les clinkers industriels. Lors d'un refroidissement lent, la forme β peut se transformer en γ qui n'a aucune propriété hydraulique. Contrairement au C_3S, les propriétés hydrauliques du C_2S varient considérablement selon la variété polymorphique.

- **Aluminate tricalcique (C_3A)**

Le C_3A, qui représente 5 à 10% de la composition du ciment Portland, est la phase du clinker dont la vitesse de réaction initiale est la plus importante. Dans les clinkers, la présence d'alcalis (surtout le sodium) modifie la symétrie cristalline du C_3A. Ainsi, selon la quantité totale d'alcalis dissous dans le réseau cristallin, le C_3A peut être cubique, orthorhombique ou monoclinique. Généralement dans le ciment, le C_3A est toutefois un mélange des formes cubique et orthorhombique, mais rarement monoclinique. Le C_3A orthorhombique stabilisé par la présence de sodium est moins réactif que le C_3A cubique.

- **Aliminoferrite tétracalcique (C_4AF)**

Le C_4AF représente entre 5 et 10% de la composition du ciment Portland. Les formes C_6A_2F et C_4AF sont les plus couramment rencontrées dans le ciment. La réactivité de l'aluminoferrite tétracalcique dans l'eau est modérée et elle augmente avec la teneur en alumine.

B. Composants mineurs :

Comme il a été signalé précédemment, aucune des phases principales du clinker ne se trouve à l'état pur. La présence d'impuretés dans le clinker (MgO, sulfates alcalins, SO_2) joue un rôle important sur les propriétés hydrauliques du ciment. Ces composés mineurs proviennent généralement des matières premières, du combustible et parfois des réfractaires ou des équipements. [8]

- **L'oxyde de magnésium (MgO)**

Sa teneur est d'environ de 2% et se trouve en liaison avec les phases principales du clinker à l'état libre sous forme de périclase. Le périclase avec l'eau donne l'hydroxyde de magnésium $Mg(OH)_2$, cette réaction est très lente.

- **Les alcalis (K_2O et Na_2O)**

Les alcalis sont introduits dans le mélange des matières premières avec les argiles et les marnes. Durant la cuisson du ciment dans les fours rotatifs une partie des alcalis se volatilise dans la zone de clinkerisation et apparaît une circulation alcaline.

- **Le soufre**

Dans la production du ciment, le soufre est présent dans tous les mélanges des matières premières sous forme combinée et dans les combustibles.

Dans la zone de cuisson, le soufre se transforme en gaz sulfureux (SO_2), qui en réagissant avec les alcalis volatilisés et l'oxygène, forme des vapeurs de sulfate des métaux alcalins.

Les sulfates se condensent dans la zone de préchauffage et retournent dans la zone de cuisson. L'excès de SO_2 dans la zone de préchauffage réagit avec $CaCO_3$ en formant $CaSO_4$. Dans la zone de cuisson $CaSO_4$ se décompose en augmentant la concentration de SO_2 dans les gaz de circulation.

- **Les chlorures (Cl^-)**

Le mélange des matières premières contient souvent de 0,01 à 0,1% de chlorures (Cl^-) et dans les cas exceptionnels plus de 0,3%. Dans les fours, les chlorures réagissent avec les alcalis en formant les chlorures des métaux alcalins, qui seront transportés par les gaz et viendront se déposer dans la zone de préchauffage, puis il retournent dans la zone de cuisson dans laquelle ils se volatilisent et il se produit une circulation continue entre la zone de cuisson et la zone de préchauffage qui peut causer l'arrêt du four.

Les chlorures provoquent la corrosion de l'acier et présente donc, un danger pour les armatures du béton.

- **Les phosphores (P_2O_5)**

La teneur des phosphores dans la plupart des crus est très faible (moins de 0,25% de P_2O_5). Une teneur en P_2O_5 dépassant 0,5% peut provoquer la diminution de la résistance initiale du ciment.

Tableau 2 : Composition chimique de clinker

Eléments	Minimum	Maximum
Al_2O_3	3,70	7,10
$Si0_2$	20,00	24,3
Fe_2O_3	1,70	5,70
CaO	61,00	68,10
MgO	1,70	4,00
SO_3	0,05	1,30
K_2O	0,05	1,40
Na_2O	0,05	0,70
TiO_2	0,15	0,40
Mn_2O_3	0,05	1,20
P_2O_5	0,05	0,60
Cl^-	0,00	0,10
F	0,01	0,30
CaO libre	0,60	2,80

3. Critères chimique et minéralogique du clinker :

Dans le four, le mélange cru après séchage et décarbonatation arrive sous la forme de poudre ou de petits granulats 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'aluminoferrite tétracalcique (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.**

La magnésie ne réagit pas avec les autres constituants. Elle cristallise sous forme de périclase ou reste en solution solide dans la phase liquide. Les alcalis et les sulfates forment des sulfates alcalins ou réagissent avec l'aluminate tricalcique pour donner des cristaux d'alcali aluminate. Les métaux lourds peuvent remplacer le fer dans certains cristaux. Une variation des constituants principaux (oxydes de calcium, de silicium, de fer et d'aluminium) ou des éléments mineurs et secondaires modifie d'une part l'aptitude à la cuisson du mélange cru et d'autre part les caractéristiques hydrauliques du clinker produit.

III. Les ajouts :

Les ajouts cimentaires sont des matériaux présentant une granulométrie très fine que l'on incorpore le plus souvent au ciment Portland et donnent ses propriétés au béton, grâce à une activité hydraulique et/ou pouzzolanique.

Un des arguments souvent avancé en faveur de l'utilisation des ajouts minéraux est qu'ils permettent d'économiser de l'énergie et de préserver les ressources naturelles comparées au ciment Portland. Cet argument est en partie juste, mais le principal argument en faveur de l'incorporation de ces matériaux dans les mortiers et bétons est en réalité qu'ils apportent des avantages techniques considérables. En effet, les ajouts minéraux tels que : les pouzzolanes, les cendres volantes et les fillers calcaire ont un apport bénéfique sur les propriétés de durabilité des mortiers et bétons réalisés à base de ciments avec ajouts. Leurs substitutions à des taux optimaux bien étudiés aux différents ciments contribuent à la résolution de pas mal de problèmes de dégradations des bétons dans le domaine de Génie Civil. Les ajouts minéraux confèrent donc aux bétons et mortiers :

- Une diminution de perméabilité à l'eau.
- Une diminution d'absorption à l'eau.
- Une bonne résistance mécanique.
- Une bonne résistance aux sulfates.
- Une bonne résistance aux acides.

1. Calcaire

Le calcaire se forme dans les milieux aquatiques (le plus souvent en mer). Il résulte du dépôt puis de la lente sédimentation d'éléments microscopiques tels que les algues, le phytoplancton ou encore des animaux à coquille calcaire (oursins, huîtres, coraux, moules). Les calcaires contiennent souvent de nombreux fossiles [9].

A. Composition minéralogique :

Le calcaire est une roche sédimentaire, il est constitué, principalement, de carbonate de calcium, qui se présente sous forme de calcite ou d'aragonite. La calcite est la forme cristalline la plus stable et la plus courante de $CaCO_3$. Elle est souvent accompagnée de petites quantités d'argiles, de sable, de limon, de la silice, de la sidérite et surtout de dolomite qui est un carbonate double de calcium et magnésium de formule [Ca, Mg] $(CO_3)_2$.

Un terrain ou une formation rocheuse est considérée comme calcaire lorsqu'elle contient plus de 50% de $CaCO_3$ [9].

B. Utilisation :

Le calcaire ajouté au ciment joue plusieurs rôles:

- Un rôle de remplissage en substitution du ciment dans les éléments fins de la courbe granulométrique (bétons ouvrables retenant mieux l'eau) ;
- Un rôle rhéologique par leur pouvoir fluidifiant sur la pâte interstitielle ;
- Un rôle chimique et physique conduisant à l'accélération de l'hydratation du C_3S et du C_3A ;
- Un rôle physique en permettant un arrangement initial différent ce qui réduit l'épaisseur entre la pâte et le granulat.

2. Cendres volantes

Lors de sa combustion dans les centrales thermiques, le charbon pulvérisé passe à travers une zone de très haute température dans le four.

Les composants volatiles et le carbone sont brûlés, tandis que les impuretés minérales tel que l'argile, le quartz et les feldspaths passent en fusion.

Les produits en fusion sont rapidement entraînés vers la zone froide où ils se solidifient en de petites sphères de verre. La majorité de ces sphères sont emportées par le courant gazeux vers l'extérieur. Ces cendres sont récupérées dans un précipitateur électrostatique. Les cendres volantes peuvent avoir différents compositions chimiques et phasiques dépendant des impuretés contenues dans le charbon utilisé.

Du point de vue minéralogique les cendres volantes se divisent en deux classes, qui diffèrent l'une de l'autre par leur teneur en CaO [9].

- **Classe F** : Contenant moins de 10% de CaO produit de la combustion de l'anthracite et du charbon bitumineux
- **Classe C :** Contenant entre 15 % et 35% de CaO produit de la combustion du lignite.

La majorité des cendres volantes (classes F et C) contiennent approximativement 60% à 85% de verre, 10% à 30% de phases cristallines et 10% de carbone non calciné.

Les particules de cendres volantes se présentent sous forme de petites sphères de diamètre allant de 1 µm à 100 µm (50 % < 20 µm). La forme et la granulométrie des cendres volantes ont un effet important sur l'ouvrabilité et la demande en eau des bétons frais.

A. Les cendres volantes de classe F

Elles ont une grande proportion de silice et d'alumine. C'est un verre d'aluminosilicate. Sa vitrification est souvent partielle. La présence de cristaux de mellite ($3Al_2O_3.2SiO_2$), de quartz, d'hématite et de magnétite diminue la réactivité de cette cendre volante.

B. Les cendres volantes de classe C

Les cendres volantes de la classe C sont plus réactives que celles de la classe F, car tout le Ca est sous forme de phases cristallines réactives (C_3A, C_3S et C_4A_3S). Par ailleurs, la phase amorphe principale contient suffisamment de Ca pour accélérer la réactivité de l'aluminosilicate.

C. *Effet des cendres volantes*

Les cendres volantes confèrent aux bétons les propriétés suivantes :

- Le remplacement du ciment par des cendres volantes dans le béton réduit de façon Significative la chaleur d'hydratation ;
- La forme et la granulométrie des cendres volantes ont un effet important sur L'ouvrabilité et la demande en eau des bétons frais ;
- Démoulage amélioré ;
- Diminue le ressuage ;
- Réduit les risques de ségrégations ;
- Améliore les performances mécaniques à longs termes ;
- Réduit le coût des ciments, la quantité de fissures et de défauts ;
- Diminue la perméabilité aux gaz et aux liquides ;
- Améliore la durabilité en milieux agressifs.

3. Pouzzolane

A. *Définition :*

Les pouzzolanes sont des matériaux naturels ou artificiels riches en silice et en alumine capables de réagir avec la chaux en présence de l'eau et de former à l'issue de cette réaction des produits manifestant des propriétés liantes. Ces pouzzolanes sont exploitées pour la production des ciments composés.

Les avantages du remplacement partiel du ciment par les matériaux pouzzolaniques sont divers :

Ils participent au renforcement de la résistance aux attaques chimiques et la durabilité à la réduction des réactions alcalins agrégats et du retrait au séchage.

Elles permettent la réduction de la quantité de clinker utilisée dans la composition du ciment.

Les ciments aux pouzzolanes sont obtenus en mélangeant les produits pouzzolaniques finement broyés avec le portland.

B. 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 variétés 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 composées 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.

C. Effet de la pouzzolane

La pouzzolane confère aux bétons les propriétés suivantes :

- ***A l'état frais***

Les pouzzolanes améliorent l'ouvrabilité, la plasticité, la rétention d'eau et une bonne homogénéité couplées à une réduction de la tendance au ressuage. Elles réduisent la chaleur d'hydratation, cet effet se traduit par une réduction sensible de la fissuration.

- ***A l'état durci***

Les pouzzolanes améliorent la cohésion interne ainsi qu'une augmentation de compacité de la pâte de ciment. La réduction de porosité qui en découle pour toute la matrice ciment se traduit par une série d'effets très favorables.

- Accroissement de la résistance finale ;
- Légère diminution du retrait et du fluage ;

- Amélioration de la résistance aux sulfates, aux chlorures et à d'autres types d'agressions chimiques ;
- Protection des armatures contre la corrosion ;
- Une réduction générale de la teneur en hydroxyde de calcium dans le béton avec deux conséquences bénéfiques ;
- Une réduction notable du risque d'apparition d'efflorescences de chaux sur les faces exposées du béton ;
- Une très nette amélioration de la résistance du béton aux eaux douces.

En effet, les eaux naturelles contiennent souvent du gaz carbonique libre, celui-ci s'attaque à l'hydroxyde de calcium contenu dans la pâte de ciment en le solubilisant, il en résulte une augmentation de la porosité et donc une diminution générale de la résistance.

4. Gypse :

Le gypse est une roche formée par un processus d'évaporation d'une mer ; sa conservation n'a été possible que grâce aux dépôts ultérieurs de matériaux sédimentaires imperméables car cette roche est très sensible à l'érosion.

Le gypse est constitué de sulfate hydraté de calcium naturel très présent dans la plupart des roches sédimentaires, il se forme surtout dans des eaux calmes, fortement salées (bien que le gypse ne contienne pas de sodium, celui-ci favorise sa formation) et bien minéralisées, comme les lagunes.

Le gypse est utilisé comme régulateur de prise dans le ciment à cause de la présence du sulfate de calcium. Ajouté en faible quantité aux autres constituants du ciment au cours de sa fabrication, il produit les ions sulfates nécessaires pour réguler la prise et influencer les performances finales. Une partie de ces ions sulfates est produite par la libération des sulfates alcalins contenus dans le clinker et participent aux réactions d'hydratation.

Beaucoup d'usines utilisent du gypse naturel ou synthétique comme régulateur de prise.

Celui-ci évolue pendant le broyage. Sous l'effet de la température atteinte pendant le broyage et le stockage, le gypse va se déshydrater en plâtre, éventuellement en anhydrite et modifier le comportement rhéologique du ciment [9] :

$$CaSO_4, 2\ H_2O \longrightarrow CaSO_4, 1/2\ H_2O + 3/2\ H_2O$$

$$CaSO_4, 1/2\ H_2O \longrightarrow CaSO_4 + 1/2\ H_2O$$

Chapitre III:Caractéristiques physico-chimiques du ciment

I. La prise

Dès que le ciment anhydre a été mélangé avec de l'eau, l'hydratation commence et les propriétés de la pâte ainsi obtenue sont évolutives dans le temps. Tant que cette hydratation n'est pas trop avancée la pâte reste plus ou moins malléable, ce qui permet de lui faire épouser par moulage la forme désirée. Mais au bout d'un certain temps, le mélange change de viscosité et se raidit, on dit qu'il se fait priser.

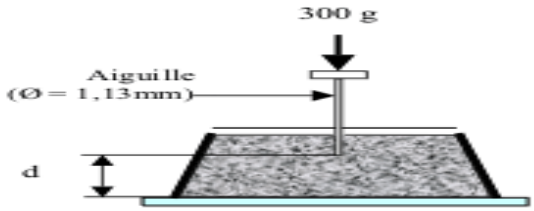


***Figure 4: Détermination du temps de début de** prise*

Le début de prise correspond au moment où l'on observe une augmentation de la viscosité, ou raidissement de la pâte, ce qui, dans la pratique, se mesure au moyen de l'aiguille normalisée (Appareil de Vicat) et correspond au temps écoulé depuis le gâchage de la pâte jusqu'au moment où l'aiguille s'arrête à une distance (d = 4 mm ±1 mm) du fond de l'anneau de 40 mm de hauteur remplie de pâte pure de ciment.

De même, la fin de prise correspond au moment où l'aiguille ne s'enfonce plus dans l'anneau [6].

II. Le durcissement

C'est la période qui suit la prise et pendant laquelle se poursuit l'hydratation du ciment. Sa durée se prolonge pendant des mois au cours desquels les résistances mécaniques continuent à augmenter.

Prise et durcissement **des constituants du** clinker**:**

Pour mieux comprendre les propriétés des ciments portland, il est intéressant d'étudier comment réagit en présence d'eau chacun des constituants anhydres du ciment pris isolément:

Tableau 3: Le comportement et le dégagement de chaleur des constituants du clinker

Constituants	*Comportement des constituants purs*	*Chaleur dégagée*
C_3S	• Fait prise et durcit rapidement • Haute résistance atteinte à court terme	120 cal/gr
C_2S	• Réagit lentement • Haute résistance atteinte à leng terme	62 cal/gr
C_3A	• Prise de façon désordonnée et rapide • Faible résistance	207 cal/gr
C_4AF	• Faible résistance	100 cal/gr

Dans une poudre de ciment portland en contact avec l'eau, l'aluminate tricalcique (C_3A) réagit en premier, se dissous et se recristallise. Vient ensuite la réaction d'hydrolyse, de l'alite-Silicate tricalcique (C_3S) forme autour des grains une pellicule de

gel et met en même temps des ions Ca^{2+} en solution. L'hydrolyse et la recristallisation de (C_3A) sont rapides. Cette activité est si grande qu'il faut la retarder car elle conduirait à des prises trop rapides et rendrait le liant inutilisable sur chantier [6].

Evolution physico-chimique de la pâte de ciment

En gâchant le ciment avec l'eau, on obtient une pâte dans laquelle l'eau entoure chaque grain de ciment en formant un réseau capillaire. Les composés anhydres du ciment sont alors attaqués en surface par l'eau pour produire des composés hydratés. Dans le cas des silicates de calcium C_3S et C_2S, la chaux hydratée se dissout et il se dépose des cristaux de $Ca(OH)_2$ en plaquettes hexagones alors que les silicates de calcium hydratés forment un gel composé de fines aiguilles à la surface du ciment. Ces aiguilles se développent en dimension et en nombre tout en réduisant les interstices capillaires entre les grains. Quand les aiguilles entre les grains de ciment se rapprochent, la pâte devient plus raide. Cette rigidité est au début faible et peut encore être facilement détruite mécaniquement. C'est le début de la prise.

Après quelques heures, les interstices capillaires sont partiellement comblés par le gel. La pâte de ciment acquiert une certaine résistance. C'est le durcissement qui commence. La résistance continue à croître à mesure que le gel devient plus compact, d'une part, parce qu'il y a un accroissement de la cohésion entre les aiguilles et accroissement du feutrage des aiguilles, d'autre part, parce qu'il se formerait des joints de soudure entre les aiguilles de tobermolite des divers grains de ciment.

Dans les pâtes de ciment durcies, il reste de ce fait toujours des grains de ciment non hydratés.

L'hydratation des grains de ciment continue non seulement des mois, mais des années durant, pour autant que le gel soit entouré d'eau, car le gel de tobermolite ne peut se former qu'en présence d'eau.

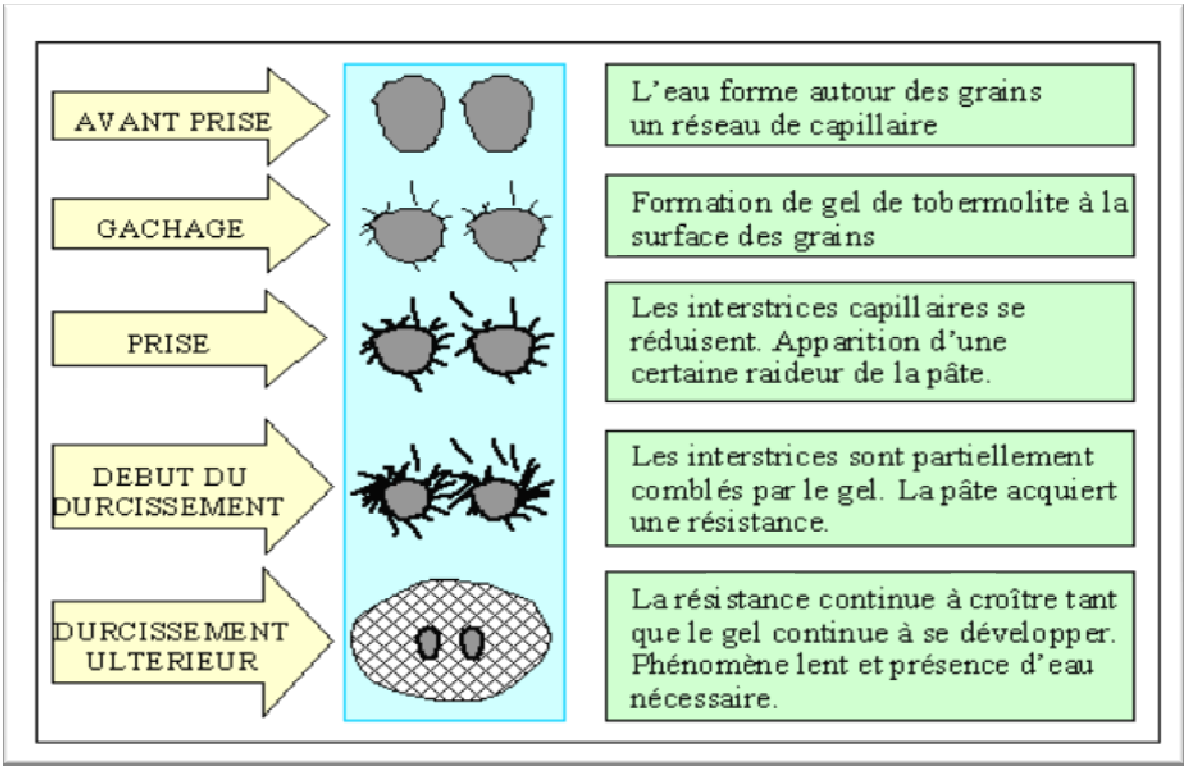


Figure 5: L'évolution physico-chimique de la pâte de ciment

III. La finesse de mouture (finesse de Blaine) :

Elle est caractérisée par la surface spécifique des grains de ciment, exprimée en (cm^2/g). Dans les cas courants, elle est de l'ordre de 3000 à 3500 cm^2/g.

Plus la finesse de mouture est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation est élevée et plus ces résistances mécaniques à un âge jeune sont grandes, par contre plus le ciment est sensible à l'éventuellement et plus le retrait est important. En outre, la finesse de mouture influence la plasticité et la cohésion de la pâte de ciment à l'état frais, ainsi que son pouvoir de rétention d'eau et la ressuée.

La surface massique de ciment étudié n'est pas mesurée directement, mais par comparaison avec un ciment de référence dont la surface massique est connue.

IV. Stabilité de volume :

La réaction d'hydratation est accélérée par un traitement thermique de la pâte, de façon à pouvoir constater l'expansion éventuelle du ciment dans un délai très court.

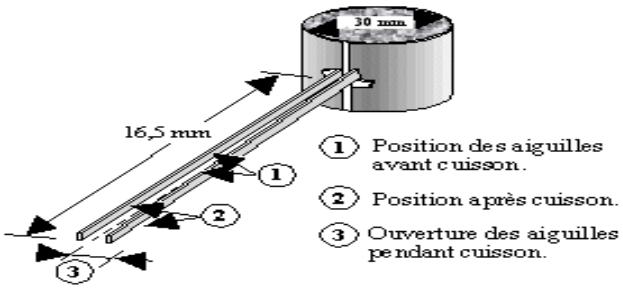


Figure 6: Aiguilles de Le Châtelier

Un essai permet de s'assurer que le ciment ne contient pas de substances susceptibles de provoquer une expansion dangereuse au cours du temps.

On simule l'effet du temps en accélérant les processus de durcissement par une cuisson à 100 °C pendant 2 heures d'une pâte durcie de ciment à consistance normale âgée de 24 heures. Pour mesurer l'expansion, on utilise les aiguilles de Le Châtelier (figure 6). La différence d'ouverture des aiguilles avant et après cuisson doit rester inférieure à 10 mm.

Chapitre I : Détermination quantitative des constituants du ciment de quatre composants

I. Introduction

L'industrie cimentière marocaine attache une importance primordiale à la qualité de ses produits. Chaque étape du processus de production fait l'objet de contrôle continu. C'est pourquoi HOLCIM a depuis longtemps mis en place des procédures de contrôle rigoureux qui lui permettent de garantir la qualité de ces produits.

La fabrication du ciment est un procédé complexe qui exige un savoir-faire, une maîtrise des outils et des techniques de production, des contrôles rigoureux et continus de la qualité.

Pour assurer cette qualité une détermination précise des pourcentages des constituants entrant dans la fabrication du ciment (clinker, et ajouts : Gypse, calcaire, pouzzolane, cendres volants) est indispensable.

II. Objectif

Notre objectif majeur est la mise en place d'une nouvelle méthode de détermination quantitative des principaux constituants du ciment (en l'occurrence quatre constituants) par voie chimique, dans le but d'établir avec précision les teneurs de ces constituants, et d'accommoder par la suite un programme de validation de cette méthode en utilisant des échantillons de référence ″OBORGUE″ dont les teneurs sont connues.

Les résultats obtenus vont nous permettre de réaliser une étude statistique, à l'aide de laquelle on détermine les pourcentages d'écart entre les teneurs des constituants du ciment déterminés par voie chimique, et les teneurs élaborés par les doseurs ; et ce afin d'apporter des corrections au niveau des doseurs.

III. Analyses chimiques utilisées :

1. Résidus insoluble :

Les résidus insolubles sont des matériaux non-cimentation qui sont présents dans le ciment Portland. Ces matériaux résidus affectent les propriétés du ciment, en particulier sa résistance à la compression.

La teneur en résidus insolubles nous permet de déterminer la teneur en fillers siliceux, pouzzolane et cendres volantes existant dans le ciment.

La détermination de la teneur en résidus insolubles dans le ciment s'effectue par deux méthodes chimiques: L'attaque par la solution d'EDTA et l'attaque par la solution de l'acide chlorhydrique dilué.

A. Attaque par la solution d'EDTA :

Mode opératoire :

- Sécher l'échantillon de ciment à 105 °C ± 5 °C à l'étuve pendant 2h ;
- Dans un bécher de 600 ml, introduire successivement 250 ml de la solution d'EDTA, 250 ml d'eau et 25 ml de la solution de triéthanolamine (1+1) ;
- Ajuster la valeur de pH à 11.6 ± 0.1 avec la solution d'hydroxyde de sodium ;
- Ajouter progressivement pendant l'agitation (avec l'agitateur magnétique) 0.500 g ± 0.020 g du ciment ($\mathbf{m_p}$). l'ajout doit être progressif pendant l'agitation pour éviter la formation d'amas difficilement délayables ;
- Continuer l'agitation pendant 1 heure puis laisser décanter pendant 15 min ;
- Avant la filtration, laver le filtre à l'eau et le sécher dans l'étuve et laisser refroidir en dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser, soit $\mathbf{m_f}$ cette masse ;
- Filtrer sur le filtre monté à plat sur le dispositif de filtration ;
- Enlever le barreau aimanté et le rincer à l'eau ;
- Laver le bêcher à l'eau afin d'éliminer tout résidu restant ; utiliser si nécessaire une baguette à bout en caoutchouc pour éliminer toute adhérence solide des parois du bêcher puis transvaser la totalité du résidu solide dans le Büchner ;
- Laver 7 fois le filtre et le résidu à l'eau en laissant s'écouler complètement l'eau après chaque rinçage puis terminer par rincer à l'éthanol 3 fois. Dans ces conditions, la filtration doit être rapide. Si le temps de la filtration est supérieur à 30 min lavage compris, l'essai doit être recommencé et la filtration est réalisée sur un filtre de plus grand diamètre ;
- Enlever avec précaution le filtre de l'entonnoir et le placer sur un verre de montre ;
- Sécher à l'étuve jusqu'à masse constante. laisser refroidir en dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser le filtre contenant le résidu, soit $\mathbf{m_{af}}$ cette masse.

Résultats :

La teneur en résidus insolubles à l'attaque du ciment par l'EDTA est déterminée par la formule suivante :

$$\mathbf{A = (m_{af}-m_f)*100 / m_p}$$

$\mathbf{m_f}$: Masse du filtre

$\mathbf{m_{af}}$: Poids du filtre+ prise d'essai après filtration

$\mathbf{m_p}$: Masse d'essai de prise

B. Attaque par la solution d'acide chlorhydrique dilué :

Objectif :

La détermination de la teneur en insolubles dans le ciment par attaque avec l'acide chlorhydrique dilué.

Mode opératoire :

- Peser 1 g ± 0.002 g de ciment ($\mathbf{m_3}$) et l'introduire dans un bécher de 250 ml ;
- Ajouter 100 ml d'eau distillée ;
- Agiter durant 5 min avec un agitateur à hélice;
- Ajouter lentement 40 ml d'HCl (Dilué à 10%), puis 60 ml d'eau distillée tout en maintenant l'agitation pendant 30 min ;
- Filtrer sur le filtre préalablement taré;
- Laver avec 50 ml d'HCl (Dilué à 50%) l'agitateur et le bêcher et utiliser une baguette à bout en caoutchouc pour éliminer toute adhérence solide de la paroi du bêcher et transvaser la totalité du résidu solide dans l'entonnoir.
- calciner à 1000°C pendant 45 min, laisser refroidir et peser ($\mathbf{m_2}$).

Résultats :

La teneur en résidus insolubles à l'attaque du ciment par l'acide chlorhydrique est déterminée par la formule suivante :

$$\mathbf{B = (m_2 - m_1)*100 / m_3}$$

Avec :

$\mathbf{m_1}$ **:** Masse du creuset

$\mathbf{m_2}$ **:** Poids du creuset + prise d'essai après calcination

$\mathbf{m_3}$ **:** Masse d'essai de prise

2. Perte au feu : PAF

Principe :

Cette analyse nous permet de déterminer la teneur en CO_2 dans la farine traitée, qui a été évacuée durant un traitement thermique dans un four à moufle pendant 25 min. Cette opération a pour but et objectif de déterminer la teneur de CO_2 resté dans le cru après l'opération de calcination qui peut être réalisée selon la formule suivante:

$$CaCO_3 \longrightarrow CO_2 + CaO$$

- ***Mode opératoire :***

- Nettoyer le creuset en platine avec un pinceau ;
- Compléter le nettoyage avec de l'acide chlorhydrique et de l'eau distillée ;
- Sécher le creuset au four pendant 10 min afin d'éliminer l'humidité du creuset et laisser refroidir au dessiccateur ;
- Tarer le creuset sur la balance, soit $\mathbf{m_c}$ sa masse ;
- Peser 1g de matière dans le creuset, soit la masse $\mathbf{m_i}$;
- Remettre le creuset dans le four pendant 25 min à 1000°C ;
- Refroidir 5 à 10 min dans le dessiccateur ;
- Peser le creuset, soit la masse $\mathbf{m_f}$.

- ***Résultats :***

La teneur en perte au feu se détermine par la formule suivante :

$$PAF = \frac{(m_i + m_c) - m_f}{m_i} \times 100$$

Avec :

$\mathbf{m_c}$ **:** Masse du creuset

$\mathbf{m_i}$ **:** Masse d'essai de prise

$\mathbf{m_f}$**:** Poids du creuset + prise d'essai après calcination

3. Taux d'humidité

Le taux d'humidité est déterminé par pesée d'une quantité de matière, soit $\mathbf{m_1}$ sa masse. Après séchage à l'étuve à 105°C jusqu'à poids constant, on pèse cette matière, soit $\mathbf{m_2}$ sa masse. Le taux d'humidité est déterminé par la formule suivante :

$$\text{Taux d'humidité} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

m_s

Avec : $\mathbf{m_1}$ **:** Masse pesée avant le séchage.

$\mathbf{m_2}$ **:** Masse pesée après le séchage.

4. Protocole de détermination des constituants du ciment:

Le protocole de détermination des constituants du ciment de plus de trois composants est élaboré par le laboratoire public d'essais et d'études (LPEE). Ce protocole va être appliqué sur des échantillons de ciment CPJ 45. [4]

Les échantillons de ciment sont analysés selon la norme NM 10.1.162

- ***Teneur en calcaire D corrigée (dans le ciment)***

$$D = D_2 \times 100 / D_1\ (CaCO_3)$$

D est la teneur en calcaire dans le ciment corrigée en tenant compte du titre $CaCO_3$ du calcaire utilisé comme constituant du ciment.

- ***La teneur en $CaCO_3$ du calcaire (titre) ayant servi à la fabrication du ciment est D_1:***

$$CaCO_3 \longrightarrow CaO + CO_2$$

Avec

- **M ($CaCO_3$) = 100 g/mol**
- **M (CO_2) = 44 g/mol**

$$M(CaCO_3) \longrightarrow M(CO_2)$$

$$\%\ CaCO_3 \longrightarrow \%\ CO_2$$

- $D_1\ (CaCO_3) = \frac{M(CaCO_3)}{M(CO_2)} \times \%\ CO_2\ (Calcaire)$

- $\%\ CO_2\ (calcaire) = PAF_{1000°C}\ (Calcaire) - PAF_{500°C}\ (Calcaire)$

$$D_1 = 2.27 \times \%\ CO_2\ (Calcaire)$$

La teneur en carbonate de calcium D_2 dans le ciment :

- $D_2\ (CaCO_3) = \frac{M(CaCO_3)}{M(CO_2)} \times \%\ CO_2\ (Ciment)$

- $\%\ CO_2\ (Ciment) = PAF_{1000°C}\ (Ciment) - PAF_{500°C}\ (Ciment)$

$$D_2 = 2.27 \times \%\ CO_2\ (Ciment)$$

Teneur en régulateur de prise (Gypse) :

$$CaSO_4 \longrightarrow SO_3 + CaO$$

- $R = \frac{M(CaSO_4)}{M(SO_3)} \times \%\ SO_3$

$$R = 1.81 \times \%\ SO_3$$

Où **% SO_3** est la teneur en sulfate du ciment déterminée par gravimétrie selon NM 10.1.005.

- ***Teneur en pouzzolane, cendres volantes et filler siliceux corrigée :***

$$P+S+V_{(corr)} = (P+S+V) - S_2$$

- ***Teneur en pouzzolane, cendres volantes et filler siliceux dans le ciment :***

  - **P+S+V= 1.07 Ri - 1.3**

Où **Ri** est le résidu d'attaque du ciment par l'acide chlorhydrique dilué et déterminé suivant la norme NM 10.1.162

- ***Teneur en filler siliceux lié au calcaire dans le ciment :***

  - $S_2 = D - D_2$

- ***Teneur en clinker :***

$$C = 101.63 - 1.23 \times A + 0.14\,(P+S+V) - 1.01\,(D_2+R)$$

Où **A** est la teneur en insoluble à l'attaque par l'EDTA.

(P+S+V) est la teneur en filler siliceux, cendre volantes et pouzzolane dans le ciment.

R est la teneur en régulateur de prise.

IV. Résultats et interprétations :

1. Détermination des teneurs des constituants du ciment par voie chimique :

A. Teneur en calcaire dans le ciment:

Pour chaque échantillon de ciment :

- La teneur en $CaCO_3$ du calcaire (titre) ayant servi à la fabrication du ciment est : **D_1**
  - **D_1 ($CaCO_3$) = 2.27 × % CO_2 (Calcaire)**
- La teneur en carbonate de calcium **D_2** (dans le ciment)
  - **D_2 = 2.27 × % CO_2 (Ciment)**
- La teneur en calcaire **D** corrigée (dans le ciment)
  - **D = D_2 × 100 / D_1 ($CaCO_3$)**

Tableau 4: Teneur en calcaire dans le ciment

REF	PAF Ciment		PAF Calcaire		D_1	D_2	D
	PAF 1000°C	PAF 500°C	PAF 1000°C	PAF 500°C			
1	5,08	3,10	42,00	2,10	90,57	4,49	**4,96**
2	4,98	2,90	43,50	2,00	94,20	4,72	**5,01**
3	5,12	3,19	42,70	2,98	90,16	4,38	**4,85**
4	5,91	3,00	42,60	2,86	90,20	6,60	**7,32**
5	6,20	3,20	43,51	3,00	91,93	6,81	**7,40**
6	6,11	3,53	40,50	3,86	83,17	5,85	**7,04**
7	6,07	3,24	42,20	3,24	88,43	6,42	**7,25**
8	6,09	3,38	41,35	3,55	85,80	6,14	**7,14**
9	6,11	3,34	41,88	3,41	87,33	6,30	**7,21**
10	6,10	3,36	41,61	3,48	86,57	6,22	**7,18**

Le tableau 4 présente les teneurs en calcaire dans le ciment corrigé, déterminés par le nouveau protocole, les résultats présentent des pourcentages comprissent entre

4,85 et 7,4. En effet, ces résultats sont conformes à la norme qui exige des teneurs de 4 à 7% en calcaire dans le ciment.

B. Teneur en pouzzolane, cendres volantes et filler siliceux dans le ciment :

- Teneur en pouzzolane, cendres volantes et filler siliceux dans le ciment :
  - **P+S+V= 1.07 Ri - 1.3**
- Teneur en filler siliceux lié au calcaire dans le ciment :
  - **$S_2 = D - D_2$**
- Teneur en pouzzolane, cendres volantes et filler siliceux corrigée :
  - **P+S+V (corr) = (P+S+V) – S_2**

Tableau 5: Teneur en pouzzolane, cendres volantes et filler siliceux dans le ciment

REF	Ri	P+S+V	D	D_2	S_2	P+S+V (corr)
1	22,86	23,16	4,96	4,49	0,46	**22,69**
2	22,70	22,98	5,01	4,72	0,29	**22,69**
3	22,60	22,88	4,85	4,38	0,47	**22,40**
4	24,50	24,91	7,32	6,60	0,71	**24,19**
5	24,80	25,23	7,40	6,81	0,59	**24,63**
6	24,93	25,37	7,04	5,85	1,18	**24,19**
7	24,74	25,17	7,25	6,42	0,83	**24,34**
8	24,83	25,27	7,14	6,14	1,08	**24,26**
9	24,82	25,26	7,21	6,30	0,90	**24,35**
10	24,83	25,27	7,18	6,22	0,95	**24,31**

Le tableau 5 présente les teneurs en pouzzolanes, cendres volantes et fillers siliceux dans le ciment corrigé déterminées par la nouvelle méthode, les pourcentages de ces derniers sont compris entre une valeur minimale de 22,4 et maximale de 24,63. Et du faite que la composition chimique des pouzzolanes, cendres volantes et fillers siliceux est assez proche, on ne peut pas déterminer leurs pourcentages séparément.

En effet, la nouvelle méthode de détermination des pouzzolanes, cendres volante et fillers est conforme à la norme, puisque cette dernière exige des teneurs de 19 à 25%.

C. Teneur en gypse dans le ciment:

- Teneur en régulateur de prise Gypse
  - **$R = 1.81 \times \% SO_3$**

Tableau 6: Teneur en gypse dans le ciment

REF	% SO_3	R
1	3,19	**5,77**
2	3,40	**6,15**
3	3,16	**5,71**
4	3,34	**6,04**
5	3,34	**6,04**
6	3,41	**6,17**
7	3,36	**6,08**
8	3,38	**6,13**
9	3,37	**6,10**
10	3,38	**6,11**

Le tableau 6 présente les résultats de la détermination du gypse dans le ciment corrigé. Les résultats obtenus ont visés la norme qui exige un pourcentage de 5 à 7%.

D. Teneur en clinker dans le ciment:

- Teneur en clinker :

$$C = 101.63 - 1.23 \times A + 0.14 (P+S+V) - 1.01 (D_2+R)$$

Tableau 7: Teneur en clinker dans le ciment

REF	A	P+S+V	D_2	R	% Clinker
1	18,91	23,16	4,49	5,77	**71,23**
2	19,39	22,98	4,72	6,15	**93,86**
3	20,69	22,88	4,38	5,71	**69,18**
4	20,70	24,91	6,60	6,04	**66,87**
5	19,89	25,23	6,81	6,04	**67,71**
6	21,37	25,37	5,85	6,17	**66,74**
7	20,65	25,17	6,42	6,08	**67,11**
8	21,01	25,27	6,14	6,13	**66,93**
9	20,73	25,26	6,30	6,10	**67,12**
10	20,87	25,27	6,22	6,12	**67,02**

Le tableau 7 présente les teneurs en clinker dans le ciment corrigé déterminées par la nouvelle méthode, les pourcentages obtenus sont compris entre une valeur minimale de 66,87 et maximale de 93,86. En effet, la nouvelle méthode de détermination du clinker est conforme à la norme, qui exige un pourcentage supérieur ou égale à 70% en clinker, ou un pourcentage de 65% du clinker hors gypse.

Remarque : Le pourcentage du clinker hors gypse ; c'est le pourcentage de ce dernier sans prendre en considération le pourcentage du gypse dans le ciment. Déterminé par la relation suivante

$$\text{Clinker hors gypse (\%)} = \frac{\text{\% clinker}}{100 - \text{\% Gypse}} \times 100$$

Tableau 8: Teneur en clinker hors gypse dans le ciment

REF	% Clinker	% Clinker hors Gypse
1	71,23	75,39
2	93,86	99,77
3	69,18	73,28
4	66,87	70,98
5	67,71	71,81
6	66,74	70,94
7	67,11	71,80
8	66,93	71,88
9	67,12	72,24
10	67,02	69,81

OBORGUE	Calcaire	Gypse	P+S+V	Clinker
% Déclarées	1,20	5,20	0,50	94,00
% Calculées	1,16	5,12	0,6	94,12
L'écart	-0,04	-0,08	0,10	0,12

Les résultats du clinker hors gypse sont conforment à la norme qui exige un pourcentage du clinker hors gypse supérieur ou égale à 65%.

2. Validation de la nouvelle méthode :

Après l'application de la nouvelle méthode de détermination des constituants du ciment sur des échantillons du ciment CPJ 45, on va installer un programme de validation de cette méthode, en appliquant cette étude sur un échantillon de référence (Echantillon d'OBORGUE du troisième trimestre).

Tableau 9 : Résultats de l'échantillon d'OBORGUE troisième trimestre

D'après les résultats obtenus dans le tableau 9, on remarque que l'écart entre les pourcentages du calcaire, pouzzolanes, cendres volantes, gypse et clinker déclarés par OBORGUE, et les pourcentages déterminés par la nouvelle méthode sont inferieurs à 1%, et suivant la norme marocaine qui exige un écart inférieur à 1% , on peut dire

que notre étude peut être validée, et appliquée par la suite au sein du laboratoire HOLCIM.

3. Contrôle de fiabilité des doseurs :

Le doseur est un dispositif, utilisé pour l'introduction des matières d'ajouts et du clinker, au dessous duquel il existe un alimentateur à tablier métallique, ce dernier animé par un moteur qui nous permet de régler la vitesse ainsi que le débit pour pouvoir introduire la masse nécessaire visée.

Pour contrôler la fiabilité du doseur on s'est basé sur les résultats de la nouvelle méthode, en déterminant les écarts entre les pourcentages des ajouts et du clinker calculés par voie chimique, et les consignes élaborées sur sec par les doseurs.

A. Détermination des consignes sur sec :

La proportion d'un élément chimique, d'un constituant, d'un matériau quelconque varie en fonction de l'état physique ou du traitement thermique subit par le matériau pendant le processus cimentier. Ces variations sont spécifiques à chaque matériau. Elles sont dues au départ de l'humidité, du produit brut exploité en carrière après séchage. La quantité de matière est ainsi réduite après le départ de l'humidité.

Avec l'humidité, il sera possible de calculer par une simple règle de trois, à partir des caractéristiques sur matières brutes, la quantité et la composition des matières sèches contenues dans le ciment.

Le tableau 10 présente les pourcentages des consignes humides élaborés par les doseurs, entrant dans la composition du ciment, et qui permet de calculer les pourcentages des consignes sur sec de chaque constituant afin de les comparer aux résultats de la CPJ 45 visés par la nouvelle méthode.

- **Consigne humide (%)** : les consignes administrées par les doseurs à l'état humide (le pourcentage de la matière + le taux d'humidité)

- **Consigne sur sec (%) =** $\dfrac{\text{Consigne humide}}{100 - \text{taux d'humidité}} \times 100$

Tableau 10: Détermination des pourcentages des constituants du ciment sur sec

REF	Humidité					Consigne humide (%)					Consigne sec (%)				
	Calcaire	Pzz	CV	Gypse	Clinker	Calcaire	Gypse	Pzz	CV	Clinker	Calcaire	Gypse	Pzz	CV	Clinker
1	5,93	11,00	0,55	9,00	0	5	6	19	5	65	4,84	5,62	17,42	5,12	66,97
2	4,00	8,88	1,64	6,11	0	5	6	19	5	65	4,91	5,76	17,72	5,03	66,55
3	5,89	9,10	2,02	9,00	0	5	6	19	5	65	4,83	5,60	17,74	5,03	66,78
4	5,43	11,11	2,00	5,66	0	7	6	22	4	61	6,84	5,85	20,21	4,05	63,04
5	5,00	11,00	1,69	6,11	0	7	6	22	4	61	6,87	5,81	20,22	4,06	63,02
6	6,13	10,12	2,54	5,23	0	7	6	22	4	61	6,779	5,86	20,40	4,02	62,93
7	5,52	10,74	2,07	5,66	0	7	6	22	4	61	6,83	5,84	20,28	4,04	62,99
8	5,82	10,43	2,30	5,44	0	7	6	22	4	61	6,80	5,85	20,34	4,03	62,96
9	5,61	10,57	2,15	5,61	0	7	6	22	4	61	6,82	5,84	20,31	4,04	62,98
10	5,72	10,50	2,23	5,53	0	7	6	22	4	61	6,81	5,85	20,32	4,03	62,97

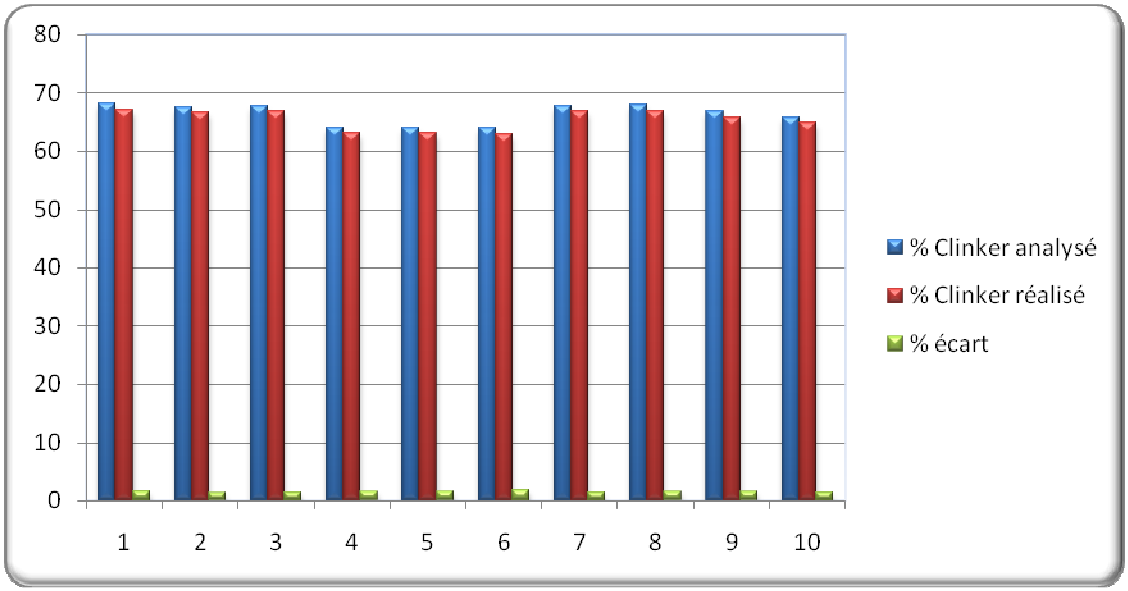
B. Résultats et interprétations :

Tableau 11 : Détermination des écarts entre les constituons déterminés par la méthode chimique et les consignes réalisés par les doseurs

REF	Constituants analysés (%)				Consignes sur sec (%)				L'écart				% L'écart			
	Calcaire	Gypse	P+V	Clinker	Calcaire	Gypse	P+V	Clinker	Calcaire	Gypse	P+V	Clinker	Calcaire	Gypse	P+V	Clinker
1	4,74	5,51	21,68	68,06	4,84	5,62	22,54	66,97	-0,10	-0,10	-0,86	1,08	-2,17	-1,95	-3,85	1,61
2	4,82	5,92	21,85	67,40	4,91	5,76	22,76	66,55	-0,08	0,15	-0,91	0,84	-1,83	2,70	-4,00	1,27
3	4,75	5,59	21,92	67,71	4,83	5,60	22,77	66,77	-0,07	-0,01	-0,84	0,93	-1,61	-0,19	-3,72	1,40
4	7,01	5,78	23,16	64,03	6,84	5,85	24,26	63,04	0,16	-0,06	-1,09	0,98	2,47	-1,05	-4,50	1,56
5	7,00	5,71	23,28	63,99	6,87	5,81	24,29	63,01	0,13	-0,10	-1,00	0,97	1,90	-1,82	-4,13	1,55
6	6,76	5,92	23,22	64,08	6,77	5,86	24,42	62,93	-0,01	0,05	-1,19	1,15	-0,27	1,01	-4,89	1,83
7	4,77	5,67	21,82	67,72	4,86	5,66	22,69	66,77	-0,09	0,01	-0,87	0,95	-1,87	0,18	-3,85	1,43
8	4,74	5,55	21,80	67,88	4,84	5,61	22,66	66,87	-0,09	-0,06	-0,85	1,01	-1,89	-1,07	-3,78	1,51
9	5,33	5,70	22,15	66,80	5,35	5,71	23,08	65,83	-0,02	-0,06	-0,93	0,96	-0,78	-0,12	-4,02	1,46
10	5,91	5,85	22,50	65,71	5,87	5,80	23,51	64,79	0,03	0,04	-1,00	0,91	0,32	0,82	-4,25	1,41

Le tableau 11 présente les différents écarts entre les résultats du clinker, pouzzolanes, cendres volantes, calcaire et gypse déterminés par la nouvelle étude et ceux élaborés par les doseurs.

Résultats du clinker



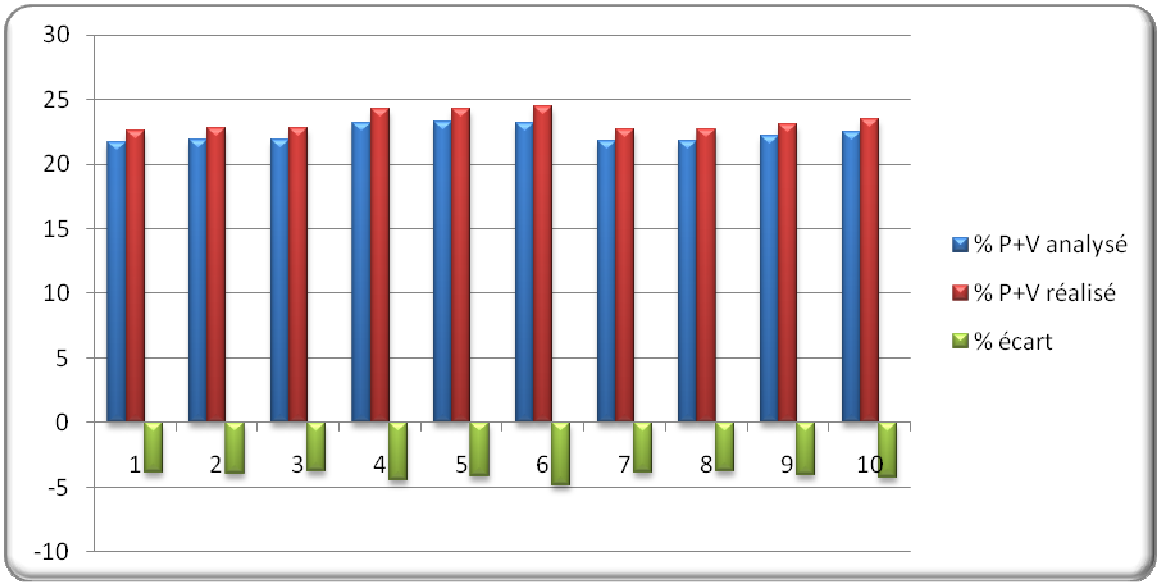
. ***Figure7 : Graphe représentatif des résultats du clinker***

D'après la représentation graphique, on observe qu'il y'a un écart positif supérieur à 1% entre les pourcentages du clinker analysés par la nouvelle méthode et les pourcentages réalisés par les doseurs.

La présence d'un écart positif s'explique par la présence d'un excès de clinker dans le ciment, ce qui signifie que les doseurs n'ont pas administrés les pourcentages réalisés.

La présence d'un excès de clinker influence positivement la qualité du ciment, donnant ainsi un ciment avec une qualité supérieure (sur qualité), mais avec un coût de revient élevé, ce qui exige une intervention au niveau des doseurs pour réajuster le pourcentage du clinker réalisé par ces derniers.

Résultats des pouzzolanes et cendres volantes



. ***Figure 8 : Graphe représentatif des résultats des pouzzolanes et cendres volantes***

D'après le graphe, on observe qu'il y'a un grand écart, qui atteint les 5 % entre les pourcentages des pouzzolanes et cendres volantes analysées par la nouvelle méthode et les pourcentages réalisés par les doseurs.

L'écart négatif s'explique par un manque de pouzzolanes et de cendres volantes dans le ciment, ce qui va influencer par la suite la durabilité et la résistance à court terme du ciment, et aussi la consommation en clinker car cette dernière baisse en fonction du taux de pouzzolanes et des cendres volantes présentes dans le ciment.

Ceci nécessite un suivi permanent au niveau des doseurs, pour qu'on puisse avoir des pourcentages réalisés correspondants à ceux déterminés par la nouvelle méthode chimique.

Résultats du calcaire

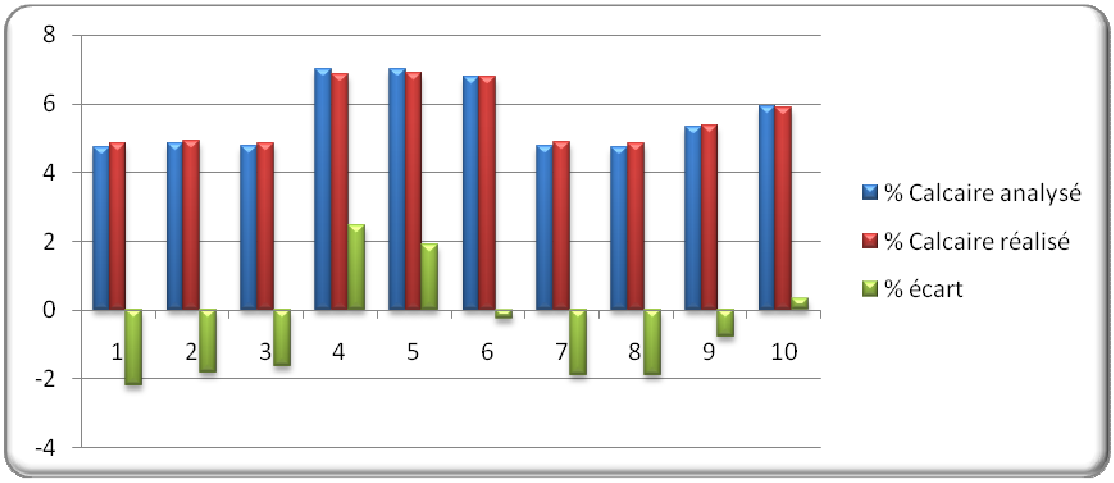


Figure 9: Graphe représentatif des résultats du calcaire

Dans le cas du calcaire nous avons détecté pour les 3 premiers essais un écart négatif qui dépasse les 2%, donc nous aurons une défaillance du pourcentage du calcaire, alors que les essais 4 et 5 donnent un écart positif de 2,5% expliqué par la présence d'un excès de calcaire.

Résultats du gypse

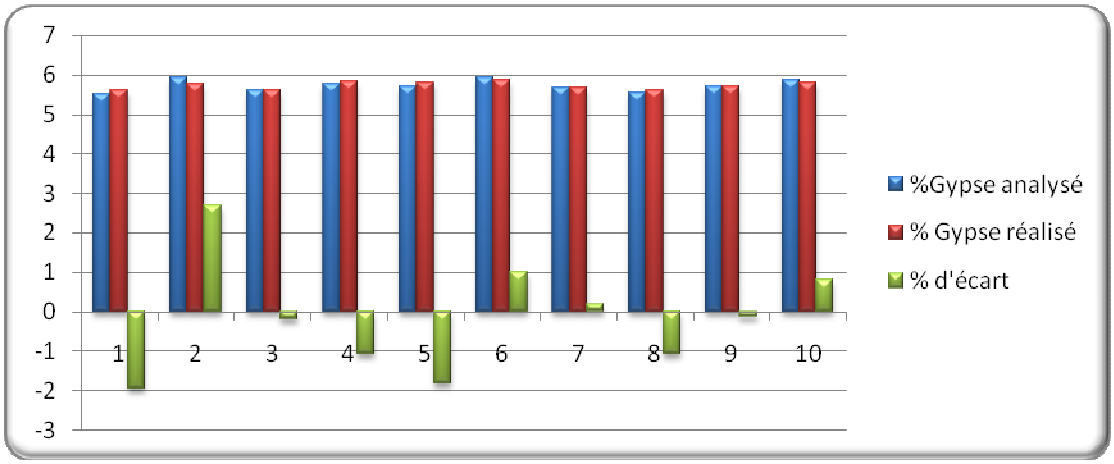


Figure 10: Graphe représentatif des résultats du gypse

D'après le graphe on observe un grand écart de 2 à 3% entre les pourcentages analysés et ceux réalisés par les doseurs, cet écart va influencer sur les caractéristiques

physico chimiques du ciment, vu que le gypse est utilisé comme régulateur de prise dans le ciment.

Interprétations:

D'après les résultats présentés ci-dessus on constate que les doseurs comportent une anomalie, ce qui nécessite une intervention afin de réduire l'écart entre les pourcentages déterminés par la méthode chimique et ceux élaborés par les doseurs.

Le laboratoire de contrôle de qualité engendre un arrêt immédiat du système après confirmation de la dérive, pour ne pas avoir un produit fini hors normes ce qui peut nuire à l'image de marque de la société.

Le réglage du débit s'effectue par un tarage des doseurs, par une vérification du moteur de l'alimentateur à tablier métallique du doseur.

Après réajustement une vérification doit être effectué par le laboratoire afin d'avoir la conformité du ciment aux Normes.

C. Résultats après réajustement :

Tableau 12 : Détermination des écarts après réajustement

REF	Constituants analysés (%)				Consignes sur sec (%)				L'écart				L'écart %			
	Calcaire	Gypse	P+V	Clinker	Calcaire	Gypse	P+V	Clinker	Calcaire	Gypse	P+V	Clinker	Calcaire	Gypse	P+V	Clinker
1	6,62	5,40	21,61	66,37	6,70	5,37	21,64	66,29	0,04	0,03	- 0,03	- 0,04	0,64	0,49	- 0,13	0,11
2	5,39	4,87	22,32	67,42	5,42	4,87	22,50	67,21	- 0,02	-0,04	- 0,18	0,20	- 0,51	- 0,08	- 0,78	0,31
3	6,07	5,13	21,97	66,84	6,06	5,12	22,07	66,75	0,01	0,01	- 0,10	0,08	0,07	0,20	- 0,45	0,12
4	5,73	5,00	22,14	67,13	5,74	5,01	22,28	66,97	-0,01	-0,01	- 0,14	0,16	- 0,17	0,19	- 0,62	0,23
5	6,41	5,26	21,79	66,54	6,38	5,25	21,85	66,52	0,03	0,02	- 0,07	0,02	0,36	0,35	- 0,29	0,03

Après l'application d'un réajustement au niveau des dosseurs on a obtenus des écarts inferieur à 1% entre les teneurs analysés et les consignes élaborés par les dosseurs, donc on peut dire que les dosseurs sont relativement efficace du fait que les pourcentages réalisés coïncident avec ceux déterminés par voie chimique.

Chapitre II : Efficacité du silo d'homogénéisation

I. Introduction :

Afin d'assurer une régularité de la composition chimique du cru mélange, une préparation de cette farine s'avère nécessaire du fait qu'un cru à composition chimique régulière est facile à cuire et donne un produit semi-fini (clinker) de bonne qualité. Par contre, un cru irrégulier nécessite des changements (paramètres de marche du système de cuisson) instantanés, ce qui n'est pas toujours possible, et donc on risque d'obtenir une matière de mauvaise qualité dite « incuit » qui ne peut pas être la matière de base de fabrication du ciment par la suite, alors que le cru à subit des transformations dès le départ (concassage, broyage, …) et dont le prix de revient est très élevé.

Donc pour une cuisson normale et une bonne qualité de clinker, il faut que les constituants finement broyés soient répartis de façon homogène et que chaque micro volume présent la même composition chimique que celle de l'ensemble de la farine crue.

Pour ces raisons, les cimenteries procèdent d'une manière systématique à la préparation du cru. De façon à assurer une parfaite homogénéisation de ce dernier.

L'homogénéisation est réalisée dans un silo d'une capacité de 5000 tonnes formés de 2 compartiments. Un premier compartiment pour l'homogénéisation par un courent d'air comprimé et un second pour le stockage. Un système d'échantillonnage et d'analyse par fluorescence RX permet de contrôler la composition chimique du cru.

L'objectif de notre sujet est le contrôle de l'efficacité du silo d'homogénéisation afin d'assurer son bon fonctionnement suivant les garanties données par le fournisseur.

II. Méthodologie de travail :

1. Prélèvement des échantillons :

Le prélèvement des échantillons se fait selon le protocole suivant :

- Cru à l'entrée silo (sortie broyeur a cru) avec une fréquence d'une fois par demi-heure. L'échantillon du cru sortie broyeur a été prélevé pour des éventuels corrections afin d'assurer un maximum de régularité possible.
- Cru sortie silo (entrée four) avec une fréquence d'une fois par demi-heure. Nous avons prélevé un échantillon cru sortie silo sur lequel nous avons effectué une analyse chimique complète.

Sur les deux échantillons prélevés la chaux CaO constitue l'élément majeur. Une meilleure homogénéisation est conditionnée par une stabilité de la valeur de $CaCO_3$ (déduite de CaO). Sur la base de la conception du silo le fournisseur a donné des garanties témoignant d'une bonne efficacité de silo à savoir :

- Le niveau silo doit être supérieur à 50% (soit 5000 tonne/2).
- L'écart type de carbonate de calcium $CaCO_3$ du cru mélange à l'entrée de silo (sortie broyeur) doit être $\leq 2,1$.
- L'écart type de carbonate de calcium $CaCO_3$ du cru mélange à la sortie du silo (entrée four) doit être $\leq 0,4$.
- L'écart type entrée / écart type sortie doit être inférieur à 6.

Rappelons encore une fois que l'objectif de cette étude est donc de s'assurer du l'efficacité de système homogénéisation et ceci par le biais des contrôles ponctuels effectués à l'entrée et à la sortie du silo d'homogénéisation.

Pour mener à bien ce travail, il était nécessaire de prendre les échantillons des deux points de prélèvements (l'entrée et la sortie du silo) après chaque demi-heure.

Afin de déduire leurs compositions chimiques, les échantillons préparés (après broyage et pastillage) on été analysés au moyen du spectromètre à RX.

2. Calculs :

A. Passage du % en CaO au % en $CaCO_3$:

L'analyse du cru par spectrométrie par fluorescence RX donne directement le taux de CaO.

Mais pour passer au taux de $CaCO_3$ on passe par les masses molaires selon l'équation suivante :

$$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$$

Avec :

- M ($CaCO_3$) = 100 g/mol.
- M (CaO) = 56 g/mol

100 g de $CaCO_3$ ⟶ 56 g de CaO

% $CaCO_3$ ⟶ % CaO

$$\% CaCO_3 = \frac{M(CaCO_3)}{M(CaO)} \times \% CaO$$

$$\% CaCO_3 = \frac{100}{56} \times \% CaO$$

$\% CaCO_3 = 1.78 \times \% CaO$

B. L'écart type :

L'écart type est donné par la formule mathématique suivante :

$$ET = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Avec :

- $\bar{x}$: la moyenne des valeurs
- x_i : les valeurs
- n : nombre d'essai

III. Résultats et interprétations:

Les résultats du suivi de l'efficacité du silo d'homogénéisation sont présentés dans tableau 13.

Tableau 13 : Contrôle de l'efficacité de silo du 13/04/2012

Heure	CRU SORTIE BROYEUR												CRU ENTREE FOUR											
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	K2O	Na_2O	SO_3	FSC	M.S	M.AF	$CaCO_3$	SiO2	Al2O3	Fe2O3	CaO	MgO	K2O	Na2O	SO3	FSC	M.S	M.AF	CaCO3
6h	13,50	3,56	1,93	44,55	0,79	0,45	0,10	0,07	103,0	2,46	1,84	79,55	13,25	3,60	1,88	43,78	0,79	0,43	0,10	0,07	102,8	2,42	1,91	78,18
7 h	12,88	3,53	1,73	44,14	0,74	0,42	0,09	0,08	106,7	2,45	2,04	78,82	13,35	3,51	1,91	43,74	0,81	0,44	0,09	0,06	102,3	2,46	1,84	78,11
8h	13,05	3,51	1,76	44,11	0,74	0,43	0,09	0,06	105,5	2,48	1,99	78,77	13,13	3,49	1,84	43,77	0,79	0,44	0,09	0,06	104,0	2,46	1,90	78,16
8h30													13,11	3,52	1,89	43,81	0,77	0,44	0,09	0,06	104,1	2,42	1,86	78,23
9h	13,45	3,58	1,93	44,51	0,78	0,45	0,10	0,06	103,2	2,44	1,85	79,48	13,26	3,51	1,88	43,90	0,78	0,44	0,10	0,07	103,3	2,46	1,87	78,39
9h30													13,44	3,68	1,91	44,22	0,81	0,45	0,10	0,08	102,3	2,40	1,93	78,96
10h	13,44	3,41	2,15	44,51	0,81	0,47	0,10	0,07	103,4	2,42	1,59	79,48	13,40	3,64	1,88	44,25	0,78	0,44	0,09	0,07	102,8	2,43	1,94	79,02
10h30	Arrêt												13,27	3,64	1,87	43,90	0,78	0,44	0,10	0,07	102,9	2,41	1,95	78,39
11h													13,25	3,61	1,87	44,00	0,79	0,44	0,10	0,07	103,3	2,42	1,93	78,57
11h30													13,57	3,54	1,98	44,44	0,80	0,46	0,10	0,06	102,3	2,46	1,79	79,36
12h													13,28	3,59	1,90	43,80	0,80	0,44	0,10	0,07	102,7	2,42	1,89	78,21
12h30													13,42	3,58	1,97	44,29	0,79	0,45	0,10	0,07	102,8	2,42	1,82	79,09
13h	13,01	3,50	1,85	43,89	0,77	0,42	0,09	0,08	105,1	2,43	1,89	78,38	13,36	3,49	1,94	43,97	0,79	0,45	0,10	0,07	102,8	2,46	1,80	78,52
13h30													13,33	3,51	1,91	43,80	0,79	0,44	0,10	0,07	102,6	2,46	1,84	78,21
14h	13,00	3,52	1,90	44,06	0,77	0,41	0,10	0,07	105,4	2,40	1,85	78,68	13,03	3,58	1,83	44,00	0,78	0,43	0,10	0,07	105,0	2,41	1,96	78,57
14h30													13,03	3,42	1,86	44,00	0,80	0,44	0,10	0,08	105,4	2,47	1,84	78,57
15h	13,48	3,51	1,93	44,65	0,82	0,47	0,10	0,06	103,5	2,48	1,82	79,70	13,11	3,51	1,86	44,00	0,77	0,44	0,09	0,07	104,6	2,44	1,89	78,57
15h30													12,97	3,44	1,84	43,88	0,77	0,43	0,11	0,07	105,6	2,46	1,87	78,36
16h	13,41	3,55	1,95	44,61	0,83	0,45	0,10	0,06	103,7	2,44	1,82	79,66	13,41	3,71	1,82	43,98	0,80	0,44	0,11	0,07	102,0	2,42	2,04	78,54
NRE	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19
MOY	13,25	3,519	1,903	44,3	0,783	0,441	0,097	0,0678	104	2,44	1,856	79,169	13,26	3,5563	1,8863	44	0,789	0,44	0,098	0,069	103,3	2,44	1,886	78,527
MINI	12,88	3,41	1,73	43,9	0,74	0,41	0,09	0,06	103	2,4	1,586	78,38	12,97	3,42	1,82	43,7	0,77	0,43	0,09	0,06	102,0	2,40	1,788	78,107
MAXI	13,48	3,58	2,15	44,6	0,83	0,47	0,1	0,08	107	2,48	2,04	79,7	13,57	3,71	1,98	44,4	0,81	0,46	0,11	0,08	105,6	2,47	2,038	79,357
E - T	0,25	0,05	0,12	0,28	0,03	0,02	0,01	0,01	1,32	0,03	0,13	0,50	0,16	0,08	0,04	0,20	0,01	0,01	0,01	0,01	1,11	0,02	0,06	0,35

Les deux écarts type, d'entrée et de sortie, des carbonates de calcium $CaCO_3$, constituent les deux paramètres qui déterminent l'efficacité du silo.

Comme le montre le tableau 13 les deux écarts types, d'entrée et de sortie, des carbonates de calcium $CaCO_3$ sont respectivement 0,50 et 0,35.

La vérification de l'efficacité du silo d'homogénéisation se résume dans le tableau suivant :

Tableau 14 : Vérification de l'efficacité du silo d'homogénéisation :

	Garantie par polysius	*Résultat de l'essai*
Ecart type de la teneur en carbonates d'entrée silo	≤ 2,1	0,50
Ecart type de la teneur en carbonates sortie silo	≤ 0,4	0,35
Ecart type entrée / Ecart type sortie	< 6	1,43

Interprétations :

Suivant les garanties données par le fournisseur « POLYSIUS », on peut dire que le silo est relativement efficace du fait que les écarts types réalisés coïncident avec ceux donnés par le fournisseur bien qu'ils s'approchent des limites à ne pas dépasser.

Donc, dans les essais que nous avons réalisés les critères de vérification de l'efficacité silo sont satisfaits témoignant ainsi d'une bonne homogénéisation de la matière à l'intérieur du silo, et par suite une matière à composition chimique régulière à l'entrée du système de cuisson.

Conclusion

Au cours de ce travail, nous avons traité deux sujets indispensables au contrôle de la bonne marche du procédé de fabrication du ciment.

Les résultats obtenus, nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

- Validation de la méthode de détermination quantitative des constituants du ciment de quatre composants, cette validation se base sur le fait qu'on a pu obtenir un écart strictement inférieur à 1% entre les pourcentages du calcaire, pouzzolanes, cendres volantes, gypse et clinker déterminés par la nouvelle méthode et ceux déclarés par OBORGUE.

- Détection d'une anomalie au niveau des doseurs d'ajouts, dû à l'obtention d'un écart de 1 à 5 % entre les consignes déterminées par voie chimique et celles élaborées par les doseurs.

- L'application d'un système de correction qui consiste à régler le débit du doseur, par une vérification du moteur de l'alimentateur à tablier métallique de ce dernier.

- Les résultats de la vérification de l'efficacité du silo d'homogénéisation ont confirmé le bon fonctionnement de ce silo, vu que les deux écarts type, d'entrée et de sortie, des carbonates de calcium qui constituent les deux paramètres déterminant l'efficacité du silo, coïncident avec ceux données par le fournisseur.

Annexe

Le contrôle qualité du ciment

Le contrôle de la qualité se définit comme une activité de processus de management, l'assurance de la qualité dans la fabrication implique non seulement la vérification de la qualité du produit lui-même, mais aussi la vérification de toutes les composantes de la production.

Au sein de HOLCIM, le laboratoire assure le contrôle de la matière depuis la carrière jusqu'à l'expédition, et intervient, si nécessaire, à chaque étape de fabrication.

De ce fait, le contrôle de la qualité a non seulement pour objectif d'améliorer le produit, mais aussi de réduire les risques de mise en marché de produits défectueux, ce qui pourrait nuire à la réputation de l'entreprise. D'ailleurs, la constatation qui a été soulevée à ce propos, c'est que rare est la restitution de produits finis.

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, de la carrière jusqu'à l'ensachage.

C'est pourquoi HOLCIM Maroc a depuis longtemps mis en place des procédures de contrôle rigoureuses qui lui permettent de garantir la qualité du produit.

Les résultats de ces contrôles sont utilisés pour la correction des consignes des doseurs et que rectifie automatiquement la salle de contrôle.

Le ciment répond à des normes marocaines très sévères sur lesquelles les cimenteries s'engagent.

Dans le laboratoire de HOLCIM RASS EL MA on trouve différentes procédures chimiques et physiques nécessaires pour effectuer ces contrôles.

I. Les essais chimiques :

1. Analyse par fluorescence X

Principe de la spectroscopie à rayons X :

La fluorescence X est une émission secondaire de rayons X, caractéristique des éléments atomiques qui composent l'échantillon. C'est une technique d'analyse élémentaire non-destructive de l'échantillon.

Mode opératoire :

Pour effectuer une analyse par fluorescence X sur un échantillon (cru, clinker, ciment…) il est nécessaire de préparer une pastille de l'analyse pour qu'elle puisse être analysée dans le spectromètre à rayons X. L'analyse chimique au bombardement à rayons X est effectuée suivant le programme demandé correspondant à la matière traitée, le spectromètre donne la composition chimique de façon directe et brève a 2min environ du lancement de l'analyse.

- Introduire 20g de l'échantillon sec dans l'acier avec 2 gouttes de (tri-éthanol-amine) ;
- Introduire l'acier dans le sur-broyeur (HERZOG) pendant 2 minutes ;
- Récupérer la matière broyée à l'aide d'un pinceau ;
- La matière broyée est mise dans la presse à pastille ;
- La pastille préparée est introduite dans le spectromètre à rayons X.

Les résultats sont affichés sur l'ordinateur lié au spectromètre.

2. Perte au feu : PAF

Principe :

Cette analyse nous permet de déterminer la teneur en H_2O et CO_2 dans la farine traitée, qui a été évacuée durant un traitement thermique dans un four à moufle pendant 25 min. Cette opération a pour objectif de déterminer la teneur de CO_2 resté dans le cru après l'opération de calcination qui peut être réalisée selon la formule suivante:

Four à moufle

$$CaCO_3 \longrightarrow CO_2 + CaO$$

Mode opératoire :

- Nettoyer le creuset en platine avec un pinceau ;
- Compléter le nettoyage avec de l'acide chlorhydrique et de l'eau distillée ;
- Sécher le creuset au four pendant 10 min afin d'éliminer l'humidité du creuset et laisser refroidir au dessiccateur ;
- Tarer le creuset sur la balance, soit $\mathbf{m_c}$ sa masse ;
- Peser 1g de matière dans le creuset, soit la masse $\mathbf{m_i}$;
- Remettre le creuset dans le four pendant 20 min à 1000°C ;
- Refroidir 5 à 10 min dans le dessiccateur ;
- Peser le creuset, soit la masse $\mathbf{m_f}$.

Résultats :

La teneur en perte au feu s'écrit selon la formule suivante :

$$\mathbf{PAF} = \frac{(m_i + m_c) - m_f}{m_i} \times 100$$

Avec

m_c : Masse du creuset

m_i : Masse d'essai de prise

m_f: Poids du creuset + prise d'essai après calcination

3. Détermination de la teneur en chlorure :

La teneur en chlorure est réalisée 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^+,NO_3^-) servant à précipiter les chlorures sous forme de chlorure d'argent selon la réaction suivant :

Titrateur des chlorures

$$Ag^+, NO_3^- + Cl^- \longrightarrow AgCl + NO_3^-$$

4. Détermination de la teneur en soufre :

Généralement cette analyse est appliquée sur les combustibles car ils sont les plus riches en soufre.

Le combustible est brûlé dans une bombe contenant de l'oxygène sous pression. Le soufre contenu dans les eaux de rinçage est dosé, puis filtré est séché.

Cette analyse nous permet de déterminer le taux de soufre qu'il faut introduire dans le procédé de fabrication, car le soufre est un élément nuisible aussi bien pour le procédé que pour le produit.

II. Les essais physiques :

1. La finesse :

- ***Principe :***

Son objectif est de déterminer la granulométrie des échantillons. À l'aide d'un courant d'air on crée une différence de pression entre les deux niveaux du tamis. Les passants à travers le tamis

sont entraînés par le courant d'air et les grains dont les dimensions sont supérieures aux mailles du tamis constituent donc les refus.

- ***Résultat :***

$$\text{Taux de refus} = \frac{m_2}{m_1} \times 100$$

Avec :

- m_1 **:** Poids pesé avant tamisage.
- m_2 **:** Poids pesé après tamisage.

L'analyse de finesse nous aide à contrôler l'homogénéisation de l'échantillon et de contrôler aussi le bon fonctionnement des broyeurs et des séparateurs.

2. La prise :

Dés que le ciment anhydre a été mélangé avec de l'eau, l'hydratation commence et les propriétés de la pâte ainsi obtenue sont évolutives dans le temps. Tant que cette hydratation n'est pas trop avancée la pâte reste plus ou moins malléable voire plastique, mais au bout d'un certain temps, le matériau devient de plus en plus difficile à travailler et sa température augmente : il fait prise et s'apparente à un solide.

On mesure l'enfoncement d'une aiguille de diamètre 1,13 mm, fixée à la partie mobile de l'appareil de vicat dont la masse totale est de 300 g, dans une pâte de ciment maintenue dans un moule tronconique. Lorsque l'aiguille s'arrête à une distance (d = 4 mm ±1 mm) de la plaque de base plane, on dit qu'il y a début du temps de prise ; et lorsque l'aiguille avec l'accessoire annulaire ne s'enfonce plus que de 0,5 mm par rapport au sommet du moule tronconique, on a atteint le temps de fin de prise.

3. Préparation des moules :

Ces essais sont effectués sur des moules de mortier préparées selon le mode opératoire suivant :

- Peser directement 225g de l'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 30s, verser en haut du bol 1350g de sable normalisé.
- Apres l'arrêt automatique du malaxeur, racler les parois et le fond du bol et verser le contenu du bol sur une plaque inoxydable puis former une patte rectangulaire.
- Fixer le moule sur la table à choc, introduire une partie du mélange puis faire démarrer la machine à 60 choc/min. Après l'arrêt automatique de la machine, verser le deuxième contenu sur le premier puis racler par une raclette. Mettre une deuxième fois la machine à choc en marche. Une fois la machine arrêtée, on fait raser les moules à l'aide d'une règle métallique et on les conserve dans l'armoire humide pendant 24h.

Après 24h, on fait sortir les moules de l'armoire et on les démoule puis on remet les éprouvettes dans l'armoire pour les essais de flexion et de compression à 2jours, 7j, 28j.

Essai de rupture par flexion :

L'essai de flexion permet de déterminer la contrainte de rupture à la traction par flexion des liants hydrauliques.

Essai de rupture par compression :

Il permet de déterminer la contrainte de rupture à la compression des liants hydrauliques.

Malaxeur

Moule

Presse

Les valeurs limites de résistance pour chaque type de ciments sont présentées dans le tableau

Tableau 1 : Résistances mécaniques de chaque type de ciment

	Résistance (MPa)					
	Flexion à 2 jours	**Flexion à 7 jours**	**Flexion à 28 jours**	**Compression à 2 jours**	**Compression à 7 jours**	**Compression à 28 jours**

CPJ 35	3	4	6	20	30	40
CPJ 45	3,7	6	8,5	25	40	50
CPJ 55	4,2	7 ,7	9,2	33	50	60

Référence Bibliographique

[1], www.holcim.ma/fr:decouvres-nous:historique.html

[2], A.CHELOUCHI, école nationale des sciences appliquées de SAFI, « Analyse physico-chimie des échantillons du ciment portland », 2011

[3], M. OUDGHIRI, diplôme de master, université de BOURDEAU, contrôle qualité de ciment, 2008

[4], Fiche techniques « Détermination quantitative des constituants du ciment » Laboratoire public d'essais et d'études (LPEE)

[5], Information technique pour cimentier «Généralité sur la chimie du ciment » Laboratoire de contrôle qualité de la société HOLCIM Fès

[6], Cours en ligne, Matériaux de construction, ciment disponible sur le site Web http://www.la.refer.org/materiaux/chapitre_un.html ;

[7], WIKIPEDIA L'ENCYCLOPEDIE LIBRE, article sur le ciment, disponible sur le site web http://fr.wikipedia.org/wiki/Ciment ;

[8], M.S BOUGLADA, thèse de doctorat, université de M'SILA faculté des sciences et des sciences de l'ingéniorats, « effet de l'activation du ciment avec ajout minéral par la chaux fine sur le comportement mécanique du mortier », 2008.

[9], M.A CHIKOUCHE, thèse de doctorat, université de M'SILA faculté des sciences et des sciences de l'ingéniorats, « Effet des ajouts à base d'argiles sur les propriétés du ciment », 2008.