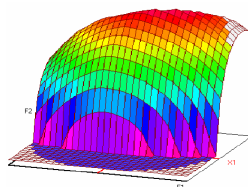




Année Universitaire : 2013-2014



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

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

Présenté par:

GAAMOUCSI Hajar

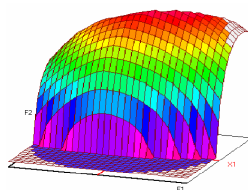
Encadré par:

- Mr. AYADI Abdelaziz (HOLCIM-Fès)
- Pr.Mr. BOULAHNA Ahmed (FST Fès)

Soutenu Le 17 Juin 2014 devant le jury composé de:

- Pr.Mr. BALI Hamza
- Pr.Mr. BOULAHNA Ahmed
- Pr.Mr. MELIANI Abdeslem

Stage effectué à : HOLCIM-Fès (Ras El Ma)



Master ST CAC Agiq

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

GAAMOUSI Hajar

Année Universitaire : 2013/2014

Titre: Etude granulométrique des tranches du clinker

Résumé

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

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

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

Mots clés: ciment, clinker, granulométrie, spectrométrie, statistique.



Table des matières

Introduction générale.....	1
Première partie :Partie bibliographique	
Chapitre I :Présentation du lieu de stage	
I.	P
présentation Générale de la société HOLCIM-Maroc	3
1.....	R
enseignements administratifs et chiffres clés	3
2.....	H
historique de HOLCIM Maroc	3
II.	P
présentation d'usine Ras El Ma	4
1.....	L
les différents types du ciment (Ras El Ma)	5
2.....	L
l'organigramme de HOLCIM Ras El Ma	6
Chapitre II :Procédé de fabrication du ciment et le contrôle de qualité au sein de HOLCIM Ras el Ma	
I.	C
c'est quoi un ciment ?	7
II.	P
procédé de fabrication du ciment	7
1.....	L
les différentes voies de fabrication	8
2.....	P
procédé de fabrication du ciment par voie sèche	8
a.....	L
les Matières premières utilisées	9
b.....	E
l'extraction des matières premières	10
c.....	C
le concassage	10
d.....	P
la ré homogénéisation	11



e.....	B
royage du cru.....	12
f.....	C
uison	13
g.....	R
efroidissement	15
h.....	B
royage ciment et expédition	15
i.....	C
onditionnement et distribution du ciment.....	16
III.....	L
e contrôle qualité au sein du laboratoire HOLCIM Ras el Ma	16
1.....	E
ssais chimiques	17
a.....	A
nalyse de la composition chimique	17
2.....	E
ssais physiques	17
a.....	L
a finesse	17
b.....	E
ssai de prise	18
3.....	E
ssais mécaniques	17
a.....	E
ssais de flexion et de compression	18

Deuxième partie :Etude expérimentale

Chapitre I:Etude granulométrique des tranches du clinker

I.....	G
énéralités sur le clinker	20
1.....	L
a composition chimique du clinker et son rôle dans le ciment	20
2.....	R
ôles physiques des éléments du clinker dans le ciment	21



II.		E
	tude granulométrique du clinker	22
1.		I
	ntroduction	22
2.		T
	echnique d'analyse.....	23
3.		D
	étermination de la composition chimique	23
III.		T
	raitement statistique de l'étude granulométrique	24
1.		R
	appel des méthodes statistiques utilisées	24
a.		L
	a normalité.....	24
b.		A
	analyses de la variance à un seul facteur.....	24
c.		T
	est de comparaison entre deux variances (Test de Fisher).....	25
d.		T
	est de conformité d'une moyenne (Test de Student)	26
2.		E
	valuation des résultats d'analyse du clinker	26
a.		V
	érification de la normalité des données (Test de Shapiro Wilk).....	26
b.		E
	valuation de l'Influence du facteur taille (ANOVA-1)	35
c.		V
	érification du test de Fisher	38
d.		E
	tude du pourcentage granulométrique des tranches	38
e.		E
	valuation et comparaison des résultats d'analyse du clinker à la sortie du four avec celle de la référence (Test de Student)	40
3.		C
	onclusion	42
Conclusion Générale		43



Introduction générale

Le secteur du ciment occupe actuellement une place importante dans le tissu socio- économique marocain et ce en raison de sa forte contribution à la création de la valeur ajoutée, la promotion de l'emploi, la lutte contre l'habitat insalubre et la protection de l'environnement. Son développement est étroitement lié au développement économique du pays et à la mise à niveau du secteur de la construction et du logement, ce qui justifie la forte demande du ciment.

Pour répondre à cette demande, la maîtrise du processus de fabrication du ciment est indispensable aussi l'adoption pour des nouvelles technologies, pour mieux se positionner dans un marché en perpétuelle concurrence.

La qualité du ciment dépend surtout de la composition chimique des matières premières qui entrent dans la production du clinker. L'étape de fabrication de ce produit intermédiaire représente la partie la plus couteuse dans le procédé entier ce qui demande une utilisation du clinker à des proportions bien économiques. Certes, plus la proportion du clinker dans le ciment est importante plus la qualité du ciment est parfaite, plus le coût de fabrication est élevé.

Sur ces liens entre la qualité du ciment, la quantité du clinker et le cout de fabrication, le clinker doit subir un contrôle strict et rigoureux. Après la cuisson à une température de 1450°C du cru « mélange du calcaire, de l'argile et des additifs tels que les minerais de fer, le schiste », le clinker obtenu subit un refroidissement brusque qui provoque une texture et une granulométrie différente.

Grâce à la grande quantité produite du clinker, il est donc intéressant pour une cimenterie d'effectuer un contrôle journalier de la production du ce produit. Alors, HOLCIM-Ras El Ma est obligé de faire des analyses, chaque deux heures, sur la tranche qui représente la majorité du clinker au lieu d'analyser l'ensemble du tonnage. L'étude granulométrique du clinker est effectuée après sa cuisson, les grains issus de clinkérisation sont répartis en trois parties contenant quatre tranches

Notre étude a donc pour objectif d'effectuer une analyse granulométrique et chimique du clinker en vue de chercher la meilleure taille des grains « tranche optimale » du clinker et de récolter le maximum d'informations sur la tranche la plus représentative du clinker au quel doit se référer le laboratoire afin de minimiser le temps et diminuer la marge d'erreur.

La réalisation des objectifs de notre étude, réalisée dans le cadre de projet de fin d'études, est basée principalement sur : l'utilisation des outils statistiques pour traiter les différents résultats trouvés par spectromètre à fluorescence X à partir des analyses chimiques effectuées sur les différents échantillons du clinker.

L'organisation de ce mémoire se présente comme suit :

La 1^{ère} Partie est consacrée à un rappel bibliographique dans lequel nous allons traiter les ciments, leurs caractéristiques, les divers procédés de fabrication du ciment existants et en particulier le



procédé de fabrication par voie sèche qui est le cas de la cimenterie HOLCIM, ainsi que le contrôle qualité au sein du laboratoire. Cette première partie est présentée en deux chapitres :

Chapitre I : *Présentation du lieu de stage.*

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

La 2^{ème} Partie est la partie expérimentale qui fait, d'abord appel à des généralités sur le clinker et rapporte les différents résultats de l'étude granulométrique des tranches du clinker traités par les outils statistiques nécessaires. Elle se présente en un seul chapitre.

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

I. Présentation générale de la société HOLCIM-Maroc

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

1. Renseignements administratifs et chiffres clés

- Raison sociale : HOLCIM Maroc.
- Forme juridique : Société Anonyme de droit privé marocain.
- Secteur d'activité : La production et la commercialisation du ciment.
- Date de création : 1976



-
- Capital : 421 000 000 DH
 - Implantation : Oujda, Fès (Ras El Ma), Nador, Casablanca et Settat.
 - Capacité de production : 4,5 MT/an.
 - Part du marché : 22 %
 - Siège social : 22, Rue Jabal Ayachi –AGDAL– RABAT.
 - Tél : 212 37 71 02 02
 - Fax : 212 37 71 02 60
 - Site web : www.HOLCIM.co.ma

2. Historique de HOLCIM Maroc

Le nom HOLCIM est simple et facile à retenir : **Hol** rappelle les origines du Groupe (le village Holderbank), et **CIM** symbolise l'activité du ciment. Ce changement intervient alors que le groupe HOLCIM, l'actionnaire majoritaire a décidé d'unifier, dans le cadre d'une nouvelle stratégie de communication, le nom de toutes ses filiales à travers le monde [1].

- 1972 : Création de L'Office pour le Développement Industriel (ODI) une entreprise pour construction d'une cimenterie à Oujda.
- 1976 : La Création de la société Cimenterie de l'Oriental (CIOR) pour la réalisation et le suivi de la cimenterie d'Oujda.
- 1979 : La mise en service de l'usine d'Oujda avec une capacité de production de 1,2 millions de tonnes par an.
- 1980 : L'installation à Fès d'un centre d'ensachage d'une capacité de 500 000 tonnes/an
- 1982 : La création d'un centre d'ensachage à Casablanca de 0,35 Mt an de capacité.
- 1989 : CIOR installe à Fès un centre de broyage d'une capacité de 350000 t/ an.
- 1990 : CIOR lance la réalisation d'une unité de production de clinker à Ras El Ma.
- 1993 : Mise en route de L'usine de Ras El Ma.
- 1996 : Démarrage d'une Unité de broyage / ensachage à l'usine de Ras El Ma

- 2000 : La démarche ISO 9001 et ISO 14001 a été mise en place à l'usine de FÈS (Ras El Ma) pour garantir la maîtrise et l'amélioration continue de la quantité des produits et services ainsi que le respect de l'environnement.
- 2001 : La mise en place d'un dispositif de traitement des combustibles et d'un laboratoire spécifique doté d'équipement à la pointe de la technologie.
- 2002 : CIOR change de nom et d'identité visuelle et devient HOLCIM Maroc.



- 2004 : l'extension de la cimenterie de Fès.
- 2007 : Démarrage de la cimenterie de Settat et de la plate-forme Ecoval
- 2010 : Lancement du projet de doublement de la capacité de production clinker de la cimenterie de Fès.

II. Présentation d'usine Ras El Ma

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 ils ont réalisés une extension de doublement de capacité en 2010 avec l'installation du nouveau broyeur. L'usine s'étend sur 230 hectares et produit actuellement trois 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.



Figure 1 : HOLCIM Ras El Ma

1. Les différents types du ciment

HOLCIM Ras el Ma produit trois types du ciment suivant leur classe de résistance : CPJ 35,



CPJ 45, CPJ 55. Ces trois types sont constitués de clinker, gypse et de calcaire.

- ***CpJ35 : Ciment Portland avec ajouts 35***

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

%	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	SO ₃
CPJ 35	13,6	3,67	2,45	64,99	1,15	0,57	2,98



Tableau n° 1 : Composition chimique du ciment CPJ 35

- ***CpJ45 : Ciment portland avec ajouts 45***

La classe de résistance de CPJ 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.

%	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	SO ₃
CPJ 45	22,31	6,76	4,61	52,57	2,78	0,82	3,01



Tableau n° 2 : Composition chimique du ciment CPJ 45

- ***CpJ 55 : Ciment portland avec ajouts 55***

La classe de résistance de 55 MPA et les résistances élevées à jeune âge du CPA 55 lui confèrent l'aptitude à être utilisé pour des applications spécifiques telles que les bétons armés fortement sollicités. Il est adapté aux applications de la préfabrication nécessitant un décoffrage rapide et un durcissement accéléré.

%	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	SO ₃
CPJ 55	13,85	5,56	3,44	59,05	1,87	0,69	3,21



Tableau n° 3 : Composition chimique du ciment CPJ 55

2. L'organigramme de HOLCIM Ras El Ma

La figure 2 représente l'organigramme de la direction de l'usine de Ras El Ma. Ci-dessous résume la voie hiérarchique de la société, il comprend trois grands secteurs d'activités : procédé



clinker ; procédé ciment et audit & maintenance :

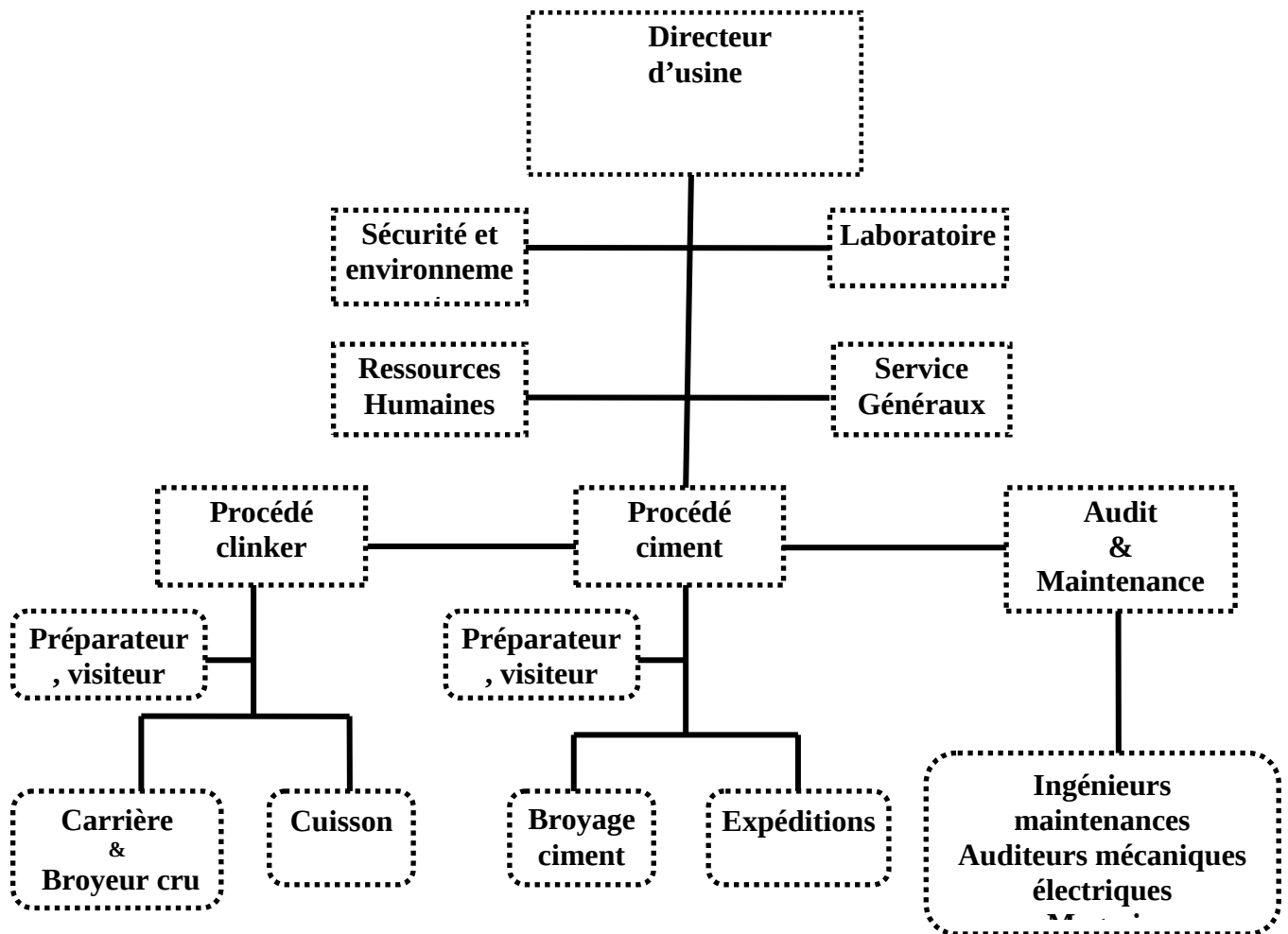


Figure 2 : Organigramme de la direction de HOLCIM Ras El Ma



I. C'est quoi un ciment ?

Le ciment est un produit moulu issu du refroidissement du clinker qui contient un mélange de silicates et d'aluminates de calcium porté à 1450 – 1550 °C (température de fusion).

Le ciment usuel est aussi appelé liant hydraulique, car il a la propriété de s'hydrater et de durcir en présence d'eau et par ce que cette hydratation transforme la pâte liante, qui a une consistance de départ plus ou moins fluide, en un solide pratiquement insoluble dans l'eau. Ce durcissement est dû à l'hydratation de certains composés minéraux, notamment des silicates et des aluminates de calcium.

L'expression de «pâte de ciment durcissant» sera utilisée pour désigner la pâte de ciment dans la transformation d'un état plus ou moins fluide en un état solide. Le principal composant du ciment c'est :

- Le clinker : Produit obtenu par la cuisson du mélange : Calcaire + Argile + Ajouts.

Il est constitué principalement d'oxydes métalliques, les quatre constituants essentiels sont :

- La Silice (SiO_2): 17 à 25 %
- L'Alumine (Al_2O_3): 3 à 6 %
- La Chaux (CaO): 60 à 70 %
- L'Oxyde de fer (Fe_2O_3): 2 à 5 % Et il y'a aussi des constituants mineurs tels que :
- La Magnésium (MgO) : 0,1- 4%
- Le Trioxyde de soufre (SO_3) : 1- 3,5%
- Les Alcalins ($\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$) : 0,5 - 1,3%

Ces constituants possèdent :

- **Des propriétés hydrauliques** : par hydratation se forment des microcristaux fibreux stables et enchevêtrés dont résulte une cohésion progressive.
- **Des propriétés physiques** : maniabilité, compacité.

II. Procédé de fabrication du ciment

La fabrication du ciment est un processus très complexe dans lequel les matières premières subissent des transformations physico-chimiques successives jusqu'à l'obtention du produit fini. Ce procédé comprend deux phases essentielles

La première phase du procédé comprendra la fabrication du clinker suite à la cuisson d'un mélange cru (ou farine). Cette farine est composée en grande proportion de calcaire 80%, d'argile 15% et de schiste 4 % qui peut être remplacé par le sable et 1% de minerai de fer. Le clinker constitue en quelque sorte le ciment dans son état pur.

La deuxième phase est le broyage du clinker mélangé à des ajouts, dans le cas de l'unité de Ras El Ma, gypse et calcaire, suivant les qualités du ciment souhaité, le clinker est plus ou moins dilué. [2].

1. Les différentes voies de fabrication

Il existe quatre principaux procédés de fabrication du ciment qui diffèrent entre eux selon la nature du traitement thermique utilisé :

La voie humide : la matière première, après concassage est délavée dans l'eau, puis broyée en humide. La pâte obtenue est homogénéisée, puis alimente le four. Cette méthode est abandonnée pour des raisons d'économie d'énergie.

La voie semi humide : La pâte obtenue, de la même manière que dans le procédé de la voie humide, est débarrassée d'une grande partie de son eau par filtration avant son introduction dans le four.

La voie semi sèche : La matière première, après son concassage, est broyée à sec, homogénéisée puis granulée par ajout d'eau à l'entrée du four.

La voie sèche : c'est la plus utilisée et la plus économique. La matière première, une fois concassée, est broyée à sec, homogénéisée, et avant l'entrée au four, elle est chauffée à travers des cyclones (type DOPOL). A l'entrée du four rotatif, la farine est à une température de 900 à 1000°C. Cette voie est plus rentable et plus optimale au niveau énergétique. [3]

2. Procédé de fabrication du ciment par voie sèche (Le cas de HOLCIM Fès)

La fabrication de ciment se réduit schématiquement aux trois opérations suivantes : Préparation du cru, cuisson, broyage et conditionnement.

Depuis la carrière où sont extraites les matières premières, jusqu'à la distribution, la fabrication du ciment est réalisée suivant différentes étapes qui sont des transformations physiques et chimiques. Le procédé de fabrication du ciment est simplifié par le schéma suivant (figure 3) :

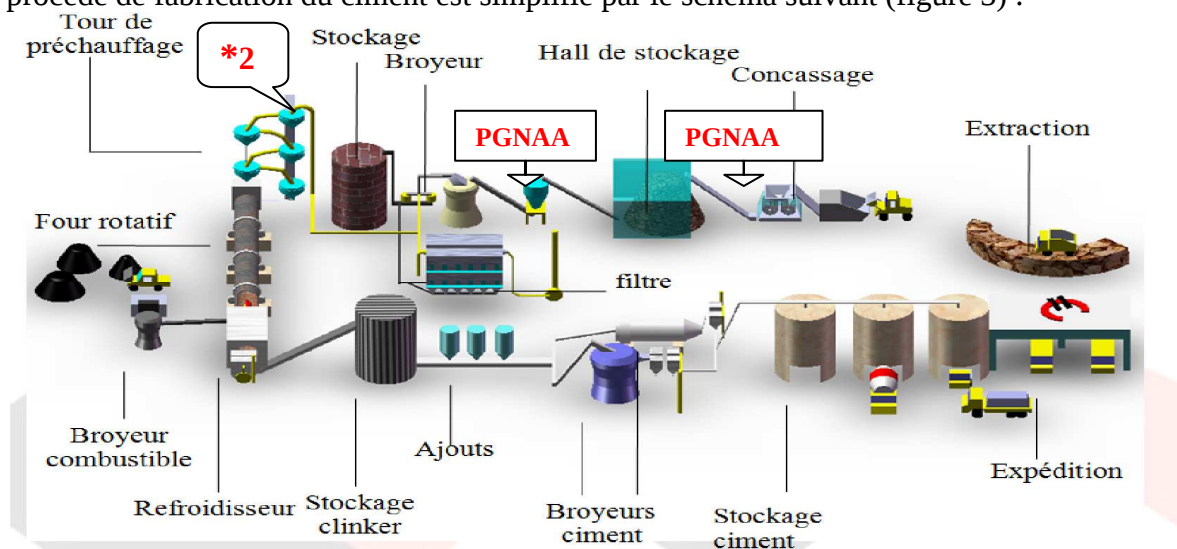


Figure 3 : Schéma du procédé de fabrication du ciment à la cimenterie de Ras El



a. Les Matières premières utilisées

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

Calcaire :

L'usine HOLCIM est installée à ras el ma pour belle raison à la richesse de cette région d'une roche sédimentaire qui est le calcaire ; c'est le constituant majeur du clinker il représente 80%. Il est prévu que HOLCIM peut profiter de cette carrière calcaire jusqu'à 100 ans. D'ailleurs la Réaction chimique de base de la fabrication du ciment commence par la décomposition du carbonate de calcium (CaCO_3) en chaux (oxyde de calcium, (CaO) accompagnée d'un dégagement de gaz carbonique (CO_2),

Argile :

L'argile est une roche sédimentaire, composée d'une large part de minéraux spécifiques, Silicates, en général d'aluminium, plus ou moins hydratés, qui présentent une structure feuilletée (phyllo silicates) qui explique leur plasticité.

Le gisement de l'argile se situe dans une région d'Azrou.

Schiste :

Le schiste est une roche métamorphique d'origine sédimentaire (souvent une argile) qui sous l'action de la pression et de la température, a acquis un débit régulier en plans parallèles que l'on appelle plan de schistosité. Il intervient dans le ciment comme élément de correction par sa composition riche en silicates.

Le gisement du schiste exploité dans une carrière située à la région de Sefrou à 45 Km de l'usine.

Minerai de fer :

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

Gypse :

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

Le gisement du gypse se situe dans la région d'Ifrane.

b. Extraction des matières premières

La carrière en cimenterie constitue la source en matières premières, lesquelles subiront des transformations pour fabriquer le produit ciment. Les matières premières doivent contenir certains éléments chimiques (Carbonate de calcium, oxyde de fer, Alumine et silice) et sont généralement des calcaires et des argiles de même, les matières de correction telles que le Schiste et le Minerai de Fer.



Figure 4 : la carrière du calcaire HOLCIM Fes

Cette première étape consiste à extraire les matières premières vierges à partir des carrières naturelles à ciel ouvert à partir des parois rocheuses par abattage à l'explosif puis elles sont acheminées par des dumpers au concasseur.

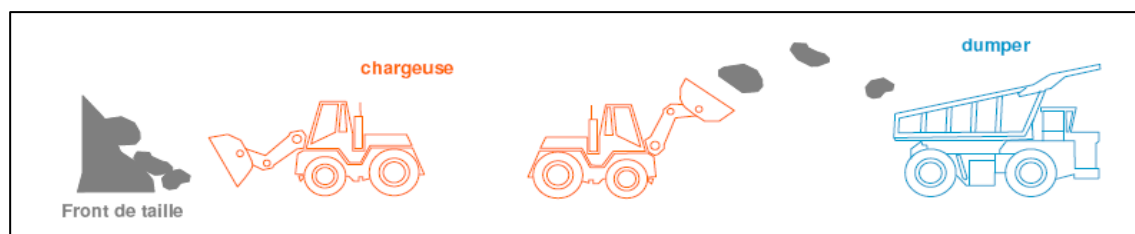


Figure 5 :
Schéma illustrant l'extraction

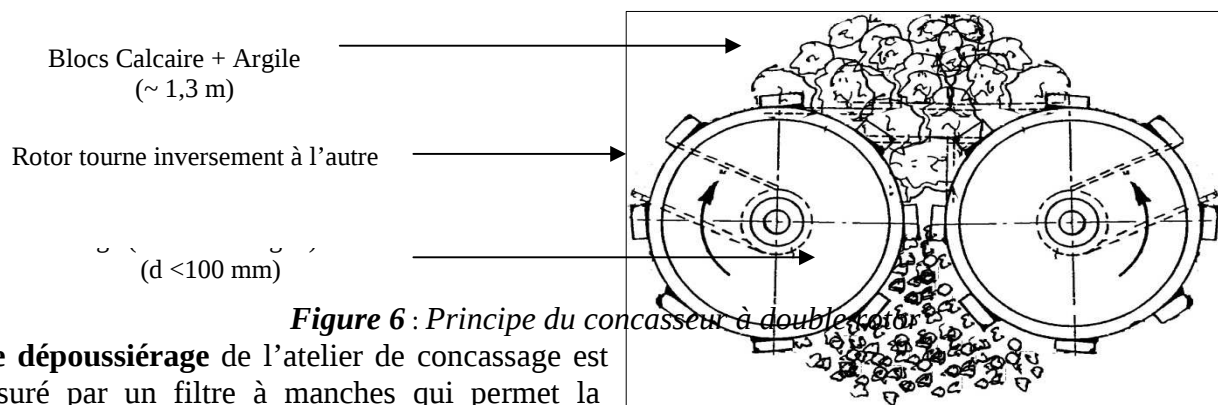
c. Concassage

L'atelier de concassage est situé à 50 m de la carrière calcaire. Il comprend un concasseur à marteau à double rotor, qui convient pour le concassage de toutes matières friables ou demi-dures. Toutes les matières premières et les ajouts (à part les cendres volantes) sont concassés séparément pour assurer les stocks nécessaires à la marche du broyeur cru et des broyeurs à ciment. La marche du concasseur est entièrement automatisée. Lui conférant un fonctionnement optimum et très sécurisé.

Les blocs du calcaire et d'argile sont concassés en même temps (pré homogénéisation) pour donner un mélange qui est la matière principale de la fabrication du cru avec des proportions bien déterminées, cette répartition est contrôlée par un PGNA « Prompt Gamma Neutron Activation Analysis » (analyse instantanée par activation neutronique) ce dernier donne des informations

importantes sur la composition chimique du mélange et sur les proportions de chaque composé chimique, ces données vont être interpréter ensuite par la salle de contrôle du concasseur .

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



Le dépoussiérage de l'atelier de concassage est assuré par un filtre à manches qui permet la récupération des matières très fines pour les remettre dans le circuit. Ceci permet à la fois un gain en productivité et une réduction des nuisances engendrées par les poussières aussi bien pour l'installation que pour le personnel.



Figure 7 : la sortie du concasseur

d. Pré homogénéisation

La pré homogénéisation des matières premières est une opération qui consiste à assurer une composition chimique régulière du mélange des matières premières. Des échantillons du mélange 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. Les résultats de ces analyses permettent de définir les corrections nécessaires à apporter au mélange des matières premières, « Analysé et corrigé par le PGNAA et validé par le chimiste » ce mélange est dénommé le cru.

Avant que le cru entre dans le broyeur, il traverse un analyseur CB-GN placé autour du tapis de transport, ce dernier effectue une analyse élémentaire non destructive du matériau qui le traverse. L'analyse est réalisée à l'aide de la PGNAA aussi. Les résultats de l'analyse seront affichés dans un ordinateur avec un logiciel spécifique qui assure une correction automatique de chaque matière dans le mélange.



e. 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 la cuisson de la farine, et cela en introduisant le cru dans un broyeur dans lequel il va subir des actions mécaniques pour l'obtention d'une poudre fine portant le nom de 'farine cru', cette dernière qui est d'une dimension comprise entre 0.1 et 200 μ est stockée par la suite dans un silo d'homogénéisation.

Le broyage et le séchage des matières premières se fait dans un broyeur qui est constitué de deux paires de galets à suspension flottante, Ces paires de galets sont entraînées 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 recycle dans le broyeur, les particules fines entraînées par le flux de gaz, sont dirigés vers le séparateur monté sur le broyeur.

➤ La composition chimique du « cru » :

Elément	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O K ₂ O	SO ₃
%	16-26	4 – 8	2 – 5	58-67	1-5	0-1	0,1-0,5

Tableau n° 4: Pourcentage des éléments chimiques constituant le cru

➤ Proportions des matières premières dans le cru :

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

- **Équation 1: Facteur de saturation en chaux**

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

LSF = Lime Saturation Factor (FSC : Facteur de Saturation en Chaux)

$$L S F = \frac{C a O \times 100 \%}{2,8 S i O _ 2 + 1,18 A l _ 2 O _ 3 + 0,65 F e _ 2 O _ 3}$$

- **Équation 2: Module silicique**

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. Ce rapport s'appelle, le module silicique. Il caractérise bien le produit en ce qui concerne le rapport solide/liquide en zone de cuisson.

$$MS = \frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{S}{A + F} = 1,9 \text{ à } 3,2$$

- **Équation 3: Module aluminoferrique**

La troisième équation est celle qui détermine la relation entre la quantité d' Al_2O_3 et de Fe_2O_3 . Cette équation s'appelle le module aluminoferrique. Sa valeur caractérise la nature de la phase fondue, qui contient presque totalité des deux oxydes Al_2O_3 et Fe_2O_3 .

$$MA = \frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{A}{F} = 1,5 \text{ à } 2,5$$

f. Cuisson

La cuisson s'effectue selon le procédé voie sèche intégrale. La ligne de cuisson est constituée de deux tours de préchauffage chacun à cinq étages de cyclones dites aussi tours DOPOL, un précalcinateur et un four rotatif de 3.8 mètres de diamètre, de 62 mètres de longueur et dont la vitesse de rotation peut atteindre 4.5 tour /min et d'un débit nominal de 2800 tonne/Jour.

Le préchauffage permet essentiellement de préparer la farine du point de vue chimique et thermique. Cette préparation consiste à sécher, déshydrater et décarbonater partiellement la matière crue.

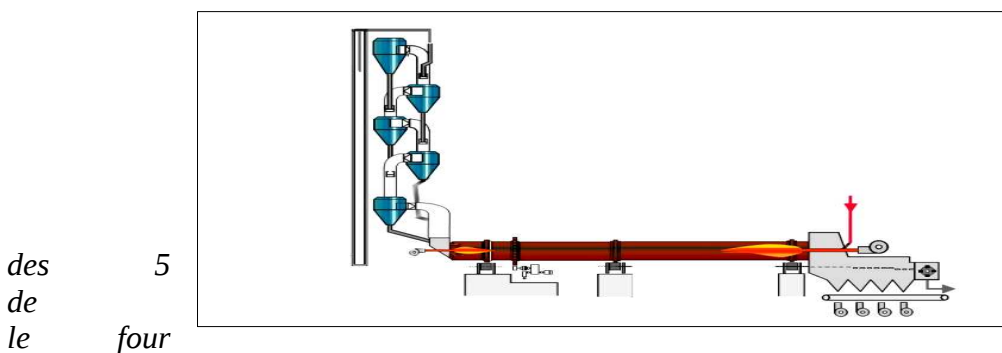


Figure 8: Schéma cyclones de la tour préchauffage lié au rotatif

Le four rotatif est conçu pour la cuisson des 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.



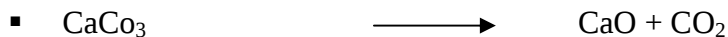
L'air secondaire chaud qui vient du refroidisseur situé en aval, pénètre dans le four en étant mélangé à l'air primaire de combustion et traverse le four à contre-courant de la matière. La flamme résultante de la combustion du coke de pétrole se trouve à l'extrémité la plus basse du four. La matière 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 composé de briques réfractaires, adaptées aux nécessités de chaque zone.

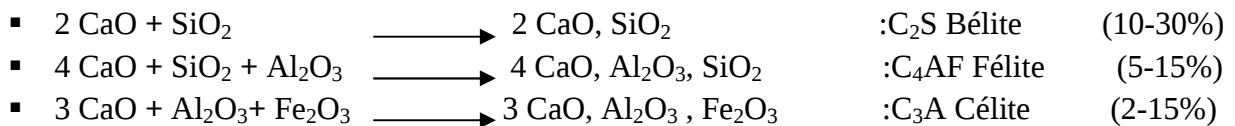
Au fur et à mesure de son avancement dans le four, la matière complète sa décarbonatation et se transforme par cuisson jusqu'à ce qu'il devienne « clinkérisé ». La matière qui sort du four est **le clinker** qui se présente sous forme de grains gris foncés arrondis dont les dimensions sont irrégulières. [4]

Dans le four on distingue trois phases :

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



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



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

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



C = chaux (CaO) → basique

S = silice (SiO_2) → acide

A = alumine (Al_2O_3) → acide

F = oxyde de fer (Fe_2O_3) → acide

Magnésie (MgO) → basique

Remarque Le clinker contient encore en faible quantité des alcalins (Na_2O , K_2O), de la magnésie (MgO) et divers traces de métaux. Le teneur en alcalin et magnésie doit rester faible car ces matières peuvent influencer défavorablement sur le durcissement du ciment.

g. Refroidissement

A l'aval du four le clinker sort avec une température dépassant 1400°C et chute vers 100°C dans le refroidisseur pour subir une trompe rapide afin de figer les C_3S et de les empêcher de redevenir des C_2S chose qui influe sur la qualité du clinker en matière de sa composition et qui influe par la suite sur l'atelier de broyage cuit parce que les C_2S sont difficiles à broyer. Les refroidisseurs permettent aussi de baisser la température du clinker pour faciliter la manutention et le stockage. Il existe plusieurs types de refroidisseurs, celui utilisé chez HOLCIM est le refroidisseur à grilles. Le stockage du clinker se fait dans un silo métallique de 50000 tonnes, d'une part, il confère à l'atelier de broyage ciment une autonomie de marche en cas d'arrêt intempestif du four et d'autre part, prémunis le clinker d'une dégradation physicochimique que causerait un stockage prolongé à l'air libre.

h. Broyage ciment et Expédition

A la fin de la cuisson, le clinker se présente sous forme de grains d'un diamètre compris entre 1 et 50 mm environ.

Le clinker et les ajouts (gypse, calcaire), sont des matériaux grossiers par rapport à la granulométrie du ciment, seront introduits au niveau du broyeur à des proportions prédéfinies pour subir des efforts mécaniques du broyage et produire ainsi le ciment qui est d'une finesse inférieure à 40 microns.

L'usine HOLCIM Ras El Ma utilise deux broyeurs qui fonctionnent simultanément, un **broyeur à boulets** (voir annexes) d'un débit de 25 t/h «Figure 9 » et un autre **broyeur vertical à galets** d'un débit de 130 t/h.

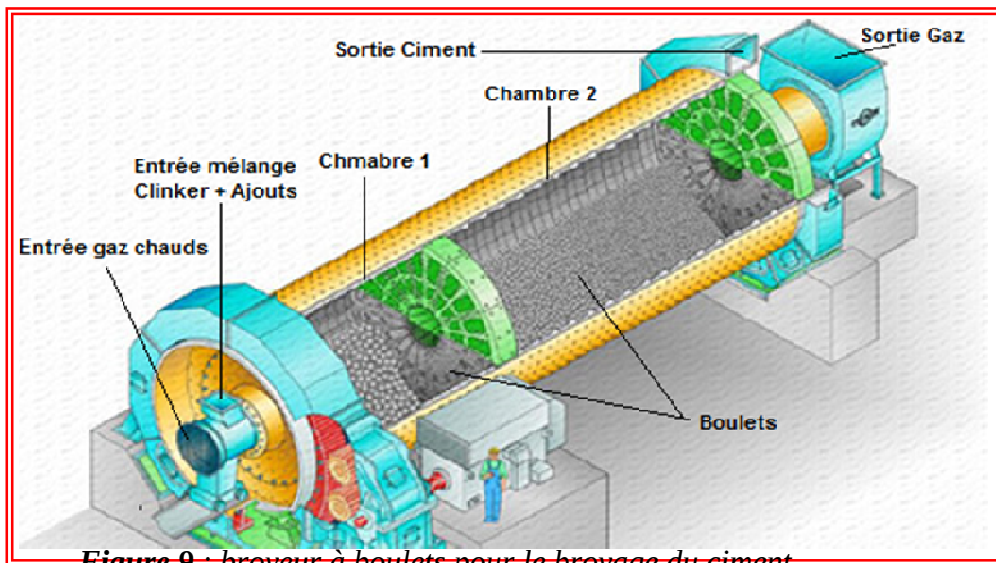


Figure 9 : broyeur à boulets pour le broyage du ciment

i. Conditionnement et distribution du ciment

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-Ras 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 de capacité 90t/h et deux de capacité 120t/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.



Figure 10 : Expédition ciment en sacs et en vrac.

III. Le contrôle qualité au sein du laboratoire HOLCIM Ras el Ma

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

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 soulevé 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.

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

1. Essais chimiques

a. Analyse de la composition chimique (par spectromètre à fluorescence X)

Il s'agit de l'analyse essentielle à tous les stades de fabrication dans le procédé cimentier. Le principe de cette analyse consiste à sur-broyer l'échantillon à analyser dans un broyeur pour but d'avoir des granulats de dimension plus fine, puis introduire l'échantillon dans un pressoir hydraulique pour former ainsi une pastille qu'on va mettre en contact avec les rayons X dans un spectromètre à fluorescence (voir annexes). Les résultats sont traités automatiquement par un ordinateur qui contient un logiciel qui nous affiche le pourcentage en chaque constituant. .

Les résultats de ces contrôles sont utilisés pour la correction des consignes des doseurs qui sont rectifiées automatiquement par la salle de contrôle et pour suivre la conformité du produit dans tous le procédé.

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



Figure 11: Spectromètre à fluorescence X

2. Essais physiques

a. La finesse

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.

Expression du résultat

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.

b. Essai de prise (Temps de Prise)

Cet essai a pour but de déterminer le temps de prise pour un ciment, c'est à dire la durée qui s'écoule entre l'instant où le liant (ciment) est mis en contact avec l'eau de gâchage et le début de prise. Cet essai se fait à l'aide de l'aiguille de Vicat. En enfonçant cette aiguille dans un moule tronconique rempli de pâte pure.

Sous l'effet d'une charge de 300 g, le début de prise est marqué par l'arrêt de l'aiguille dans le mortier à une distance de $4 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ du fond de moule. On mesure alors le temps de début de prise. Et le temps de fin de prise est celui au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce pas plus de 0,5 mm dans le mortier

Remarque : le temps de fin de prise est $\text{Taux de refus}(\%) = \frac{m_2}{m_1} \times 10$ appelé temps de prise.

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

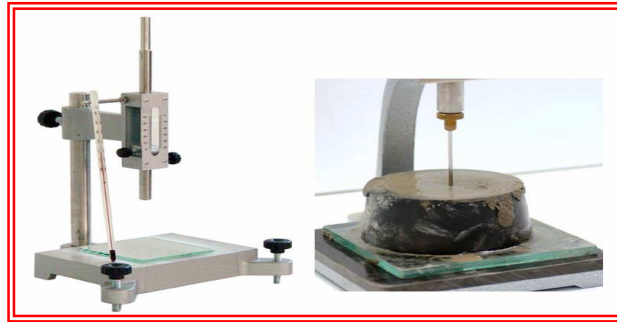


Figure 12: Appareillage d'essai à aiguille de Vicat

3. Essais mécaniques

a. Essais de flexion et de compression

Les essais de flexion et de compression permettent de déterminer la résistance du ciment. Pour cela, des moules de ciment sont préparés dans les conditions précises ci-dessous :

- 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 30secondes, verser en haut du bol 1350g de sable normalisé.

La flexion : permet de déterminer la contrainte de traction par flexion. La rupture est effectuée à l'aide d'un appareil à presse muni d'un dispositif qui casse le moule en affichant la pression supportée en Megapascal.

La compression : Chaque demi-moule passe en compression sur faces latérales, entre deux plaques de métal dur. Enfin, l'appareil à presse indique la pression limite à laquelle le moule a résisté.

Remarque :

La classification du ciment est basée sur ce paramètre.

- **CPJ 35** à une résistance moyenne d'environ **35 MPa** en cas de 28j

- **CPJ 45** à une résistance moyenne d'environ **45 MPa** en cas de 28j
- **CPJ 55** à une résistance moyenne d'environ **55 MPa** en cas de 28j



Figure 13: Appareil presse IBERTEST et le moule préparé

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

I. Généralités sur le clinker



Le clinker est le produit semi fini du ciment résultant de la cuisson d'un mélange composé d'une quantité de calcaire en grande partie et une quantité beaucoup moins faible constituée d'argile, des schiste et de minerai de fer, le rassemblement de tous ces composés à l'entrée du four est dit « cru ». La cuisson du cru dans le four rotatif à une température de 1450°C aboutit à la formation du clinker qui est le produit de base du ciment. Pour cette raison, le clinker doit subir un contrôle strict et rigoureux. Il subit un refroidissement brusque qui provoque une texture et une granulométrie différente.

1. La composition chimique du clinker et son rôle dans le ciment

Dans le four, le mélange cru après séchage et décarbonatation arrive sous la forme de poudre ou de petites granules dans la zone de cuisson. Les réactions chimiques commencent sous l'effet de la température. L'oxyde de fer se combine à l'oxyde d'aluminium et à l'oxyde de calcium pour former l'**aluminoferrite tétracalcique** (C_4AF). L'alumine restante réagit avec 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, ce dernier s'appelle **chaux libre** (CaO libre). [5]

Donc les quatre composants majeurs qui naissent des réactions chimiques induites lors de la cuisson et forment le clinker sont:

- Du silicate bi calcique $2CaO - SiO_2$ (C_2S) : représente 10-20% du clinker, responsable du durcissement à long terme du ciment.
- Du silicate tricalcique $3CaO - SiO_2$ (C_3S) : représente 55-70% du clinker, responsable du durcissement à court terme.
- De l'aluminate tricalcique $3CaO - Al_2O_3$ (C_3A) : représente 3-15% du clinker, est le composant le plus réactif et cause le dégagement de chaleur.
- De l'alumino-ferrite tétra calcique $4CaO - Fe_2O_3 - Al_2O_3$ (C_4AF) : représente 5-15% du clinker, peut influencer sur la température de formation du clinker.

Et bien sur d'autres composants dites mineurs :

- Le Trioxyde de soufre SO_3 : Influence positive à court terme, mais négative sur la résistance à long terme. Si teneur élevée, nécessité de limiter l'ajout du gypse (exigence normative). Un excès de soufre (sulfate de calcium) peut être à l'origine d'une fausse prise (durcissement avant terme) et baisse de C_3S . et aussi si on a la teneur on SO_3 très élevée, on aura une diminution du débit du four. [6]
- CaO (libre): lorsqu'elle dépasse 3 % elle est à l'origine (à court terme) de l'expansion du ciment.

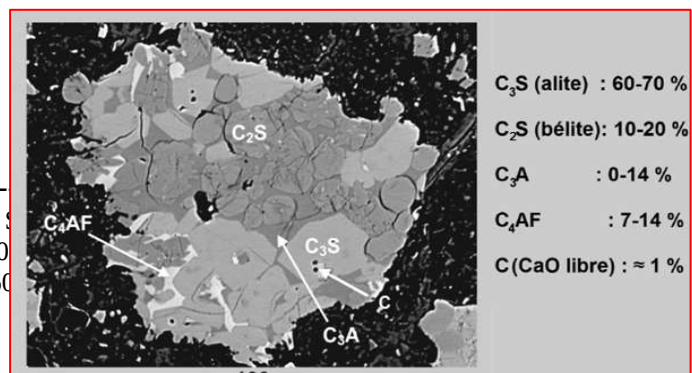
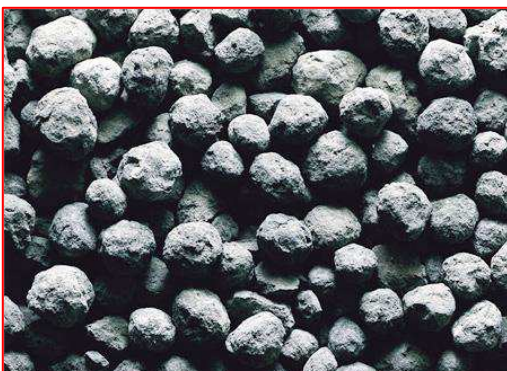




Figure 14 : Grains de Clinker

Figure 15: Microscopie du clinker montrant ses quatre principaux composants

2. Rôles physiques des éléments du clinker dans le ciment

Les minéraux du clinker dans le ciment présentent des vitesses d'hydratation différentes C_3A et C_3S s'hydratent plus vite que C_4AF et C_2S . La réaction d'hydratation du ciment portland est exothermique, la quantité de chaleur dégagée par hydratation d'un gramme de ciment à 28 jours est de 400 – 500 joules qui se répartissent de la manière suivante, entre les silicates et les aluminates, étudiés séparément. [7].

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

Constituant	Chaleur dégagée J/g	Comportement des constituants purs
C_3S	500	- fait prise et durcit rapidement - haute résistance atteinte à court terme
C_2S	260	- réagit lentement - haute résistance atteinte à long terme
C_3A	265	- prise de façon très désordonnée et rapide - faible résistance (nécessite du gypse pour régulariser la prise)
C_4AF	418	- faible résistance

Tableau n° 5:
Le comportement et le dégagement de chaleur des constituants du clinker

ment de chaleur des constituants du clinker

II. Etude granulométrique du clinker

1. Introduction



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

Les éléments du clinker, C_3S , C_2S , C_3A , SO_3 , CaO (libre), ont un rôle important dans la fabrication du ciment, et aussi une importance au niveau son hydratation et son résistance. Pour cette raison nous avons choisi ces éléments pour effectuer notre étude granulométrique.

Le clinker présente une granulométrie très variée, les grains issus de la clinkérisation sont réparties en trois parties contenant quatre tranches :

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

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

L'objectif de notre étude est donc la détermination des propriétés et des caractéristiques chimiques de chaque tranche granulométrique, ainsi que l'étude de la répartition et la présence des éléments pour chaque tranche, tout en comparant la moyenne pondérée de chaque éléments à celle déclarée dans le laboratoire afin de chercher la tranche optimale, la plus représentative de la majorité du clinker.

Pour notre étude nous avons réalisé les opérations suivantes :

- ➔ Appliquer le test de normalité (test de shapiro-wilk) afin de vérifier la normalité de la distribution.
- ➔ Appliquer le test d'ANOVA-1 pour vérifier s'il y'a un facteur taille sur les résultats obtenus.
- ➔ Faire l'analyse granulométrique de toutes les tranches pour déduire la proportion de chacune d'entre elles dans le but de chercher la tranche la plus fréquente.
- ➔ Etudier la répartition et la présence des éléments pour chaque tranche. Pour cela nous avons réalisé l'analyse par spectrométrie pour les grains de chaque tranche.
- ➔ Prouver à partir des tests statistiques appliqués sur les résultats obtenus qu'elle est la tranche la plus représentative par rapport aux autres tranches (test de student).

2. Technique d'analyse

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

Une fois le clinker est refroidi, on le fait passer dans des tamis de différentes ouvertures et qui sont classés selon l'ordre décroissant.

Les tamis mis en jeu ont les ouvertures suivantes : 50mm, 31.5mm, 25mm, 20mm, 14mm, 10mm, 5mm, 3.15mm, 1mm. Un fond de tamis récupère les particules ayant un diamètre inférieur à 1mm.

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



Figure 16 : les tamis classés du haut vers le bas

3. Détermination de la composition chimique

Notre travail a été effectué au laboratoire d'analyses chimiques, les différents échantillons du clinker sont :

- Échantillon 1 : < 5 mm.
- Échantillon 2 : $[5.15 \text{ mm}]$.
- Échantillon 3 : $[15.25 \text{ mm}]$.
- Échantillon 4 : >25 mm.

Les échantillons ont été analysés par le spectromètre de fluorescence X.

■ Mode opératoire :

- Mettre l'échantillon dans un sac en plastique après l'avoir bien homogénéisé ;
- Introduire 20g de cet échantillon sec dans l'acier avec deux gouttes du triéthanolamine (voir annexes);
- Introduire l'acier dans le sur-broyeur (HERZOG) pendant trois minutes ;
- Récupérer la matière broyée à l'aide d'un pinceau ;



- La matière est mise dans la presse à pastille ;
- La pastille préparée est introduite dans le spectromètre à fluorescence X ;

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

III. Traitement statistique de l'étude granulométrique

1. Rappel des méthodes statistiques utilisées

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

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

a. La normalité

En statistiques, les tests de normalité permettent de vérifier si des données réelles suivent une loi normale ou non. Ces tests prennent une place importante en statistiques. En effet, de nombreux tests supposent la normalité des distributions pour être applicables. En toute rigueur, il est indispensable de vérifier la normalité avant d'utiliser les tests.

■ Démarche statistique :

H₀ : la distribution des données est normale

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

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

b. Analyse de la variance à un seul facteur

L'analyse de la variance ou ANOVA est un des tests fondamentaux de la statistique. ANOVA est l'acronyme de "ANalysis Of VAriance".

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



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

L'hypothèse nulle $H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$

L'hypothèse alternative H_1 : il existe au moins une moyenne différente des autres.

Source de la variance	Somme des carrés des écarts	Degré de liberté	Variance	F	P value (F>F _{obs})
Inter-groupe	SCE_{facteur}	N-K	$S^2_{\text{facteur}} = \frac{SCE_{\text{facteur}}}{SCE_{\text{résidu}}}$	$F = \frac{s^2_{\text{facteur}}}{s^2_{\text{résidu}}}$	$P_{H0}(F > F_{\text{obs}})$
Intra-groupe	$SCE_{\text{résidu}}$	k-1	$S^2_{\text{résidu}} = \frac{SCE_{\text{résidu}}}{SCE_{\text{résidu}}}$		
Total	SCE_{total}	N-1			

Tableau n° 6: Analyse de la variance

Avec :

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

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

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

■ Règle de décision :

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

c. Test de comparaison entre deux variances (Test de Fisher)

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

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



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

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

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

■ Statistique du test :

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

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

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

On pose : **H₀** : $X_m = R$

H₁ : $X_m \neq R$

On compare la valeur calculée (T_{cal}) à la valeur critique de student à n-1 degré de liberté.

■ Règle de décision :

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

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

On rejette ou on accepte **H₀** avec un seuil de signification α , t = 2 pour $\alpha=0.05$ et t=3 pour $\alpha=0.01$

2. Evaluation des résultats d'analyse du clinker

a. Vérification de la normalité des données (Test de Shapiro Wilk)

On traite la normalité des résultats obtenus par application de test ryan-joiner similaire au test de shapiro-wilk par le logiciel Minitab ; Il convient de s'assurer de la normalité d'un échantillon, avant d'employer un test statistique, comme le test t-Student et de Fisher (ANOVA-1).

Les résultats d'analyse par spectromètre de fluorescence X de SO₃, C₃S, C₂S, C₃A et de la chaux libre (CaO), des différents échantillons du clinker à la sortie du four, sont regroupés dans les tableaux (7, 8, 9, 10, 11). La valeur minimale, maximale ainsi que la moyenne sont également présentés dans le même tableau.

Les graphes (Figures 19, 20, 21, 22 et 23) traduisent la normalité pour chaque élément, Ce type de graphe est utilisé pour vérifier si un ensemble de valeurs d'une distribution suit une loi normale.

Les résultats sont obtenus durant la période du 24 Mars au 22 avril 2014 à des différentes heures.

■ Pour SO₃ :



tr. (mm) Date	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	1,41	1,27	1,93	1,93
25/03/14_10h	1,46	1,38	1,85	1,92
26/03/14_10h	1,42	1,27	1,91	1,97
27/03/14_10h	1,36	1,25	1,87	1,93
28/03/14_12h	1,37	1,31	1,87	2,12
31/03/14_10h	1,42	1,36	1,99	2,14
01/04/14_10h	1,32	1,27	1,88	2,34
02/04/14_10h	1,38	1,26	1,95	2,35
02/04/14_12h	1,39	1,33	1,96	2,22
03/04/14_10h	1,36	1,28	1,91	2,18
04/04/14_12h	1,35	1,31	1,86	1,94
07/04/14_10h	1,35	1,33	1,83	1,97
08/04/14_10h	1,33	1,32	1,86	2,35
09/04/14_10h	1,4	1,28	1,88	2,03
09/04/14_14h	1,42	1,36	1,89	2,19
10/04/14_10h	1,41	1,34	1,92	1,99
11/04/14_11h	1,48	1,4	1,97	2,21
14/04/14_11h	1,48	1,32	1,89	2,02
15/04/14_10h	1,47	1,24	1,88	2,09
15/04/14_12h	1,48	1,35	1,93	2,12
16/04/14_10h	1,45	1,31	1,97	2,23
16/04/14_12h	1,45	1,36	1,82	2,22
17/04/14_08h	1,46	1,31	2,01	2,19
17/04/14_10h	1,43	1,34	2	2,05
17/04/14_12h	1,35	1,33	2,05	2,14
18/04/14_12h	1,38	1,23	2,04	2,27
18/04/14-12H	1,42	1,27	2,03	2,16
18/04/14-14H	1,37	1,28	2,01	2,27
21/04/14-10H	1,43	1,32	2,06	2,16
22/04/14-10H	1,41	1,29	2,02	2,19
Min	1,32	1,23	1,82	1,92
Max	1,48	1,4	2,06	2,35
Moyenne	1,41	1,31	1,93	2,13

Tableau n° 7: Résultats d'analyse du suivi journalier de SO_3 dans le clinker



■ Pour C₃S:

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



21/04/14-10H	78,56	77,36	76,68	73,91
22/04/14-10H	79,15	75,52	77,25	76,93
Min	74,30	74,15	72,17	70,02
Max	81,00	80,13	79,18	78,19
Moyenne	77,64	76,79	75,70	74,81

Tableau n° 8: Résultats d'analyse du suivi journalier de C_3S dans le clinker

■ **Pour C_2S**

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



16/04/14_12h	3,11	3,49	3,89	3,59
17/04/14_08h	1,51	2,00	2,97	2,13
17/04/14_10h	2,67	3,29	3,84	3,31
17/04/14_12h	2,98	3,12	3,34	3,28
18/04/14_12h	3,89	4,09	4,22	4,15
18/04/14-12H	4,19	4,43	4,81	4,53
18/04/14-14H	5,15	5,34	5,81	5,52
21/04/14-10H	3,34	3,98	4,37	4,15
22/04/14-10H	3,93	4,37	4,71	4,46
Min	1,37	1,36	1,15	1,58
Max	5,30	5,91	7,30	6,05
Moyenne	3,04	3,53	3,96	3,68

Tableau n° 9: Résultats d'analyse du suivi journalier de C_2S dans le clinker

■ Pour C_3A :

tr. (mm) Date	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	9,35	9,48	9,69	10,05
25/03/14_10h	9,49	9,56	9,82	10,10
26/03/14_10h	9,11	9,70	9,78	10,20
27/03/14_10h	9,15	9,51	9,66	9,96
28/03/14_12h	9,44	9,81	9,69	9,63
31/03/14_10h	9,56	9,47	9,39	9,12
01/04/14_10h	9,24	9,35	9,30	9,62
02/04/14_10h	9,15	9,24	9,38	9,71
02/04/14_12h	9,08	9,12	9,25	9,48
03/04/14_10h	9,41	9,25	9,41	9,76
04/04/14_12h	9,13	9,33	9,27	9,52
07/04/14_10h	9,27	9,39	9,51	9,62
08/04/14_10h	9,01	9,16	9,22	9,41



09/04/14_10h	8,96	9,08	9,28	9,39
09/04/14_14h	8,96	8,98	9,54	9,14
10/04/14_10h	9,43	9,15	9,38	9,28
11/04/14_11h	8,96	9,08	9,31	9,43
14/04/14_11h	9,39	9,51	9,69	9,77
15/04/14_10h	9,38	9,41	9,58	9,66
15/04/14_12h	9,18	9,30	9,51	9,70
16/04/14_10h	9,31	9,18	9,25	9,33
16/04/14_12h	9,28	9,41	9,53	9,71
17/04/14_08h	9,43	9,49	9,58	9,64
17/04/14_10h	9,11	9,53	9,65	9,77
17/04/14_12h	9,17	9,49	9,61	9,84
18/04/14_12h	9,32	9,41	9,67	9,77
18/04/14-12H	9,38	9,49	9,71	9,98
18/04/14-14H	9,32	9,72	9,83	9,93
21/04/14-10H	9,44	9,66	9,78	9,96
22/04/14-10H	9,02	9,19	9,33	9,51
Min	8,96	8,98	9,22	9,12
Max	9,56	9,81	9,83	10,20
Moyenne	9,25	9,38	9,52	9,67

Tableau n° 10: Résultats d'analyse du suivi journalier de C_3A dans le clinker

■ **Pour CaO Libre:**

tr. (mm) Date	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	1,04	1,69	1,85	2,04
25/03/14_10h	2,21	2,49	2,12	2,51
26/03/14_10h	1,17	2,02	1,84	2,17
27/03/14_10h	1,50	2,07	2,06	2,50
28/03/14_12h	1,95	2,44	2,09	2,39
31/03/14_10h	1,83	2,39	2,01	2,43
01/04/14_10h	1,59	1,90	2,01	2,07



02/04/14_10h	1,99	2,26	1,75	1,99
02/04/14_12h	1,98	2,51	1,98	2,14
03/04/14_10h	1,75	1,91	1,86	1,85
04/04/14_12h	1,75	1,83	1,93	1,79
07/04/14_10h	1,73	1,98	1,80	1,83
08/04/14_10h	1,67	1,87	1,81	1,87
09/04/14_10h	1,13	1,87	1,58	2,13
09/04/14_14h	1,35	2,12	1,97	2,05
10/04/14_10h	1,41	2,31	1,87	2,41
11/04/14_11h	1,80	2,15	1,56	1,80
14/04/14_11h	1,53	2,14	1,81	2,23
15/04/14_10h	1,92	2,45	1,70	1,92
15/04/14_12h	1,67	2,10	1,67	1,86
16/04/14_10h	1,84	1,81	1,72	1,84
16/04/14_12h	1,79	2,10	1,89	1,79
17/04/14_08h	1,54	2,38	2,05	2,24
17/04/14_10h	2,27	2,64	2,07	2,14
17/04/14_12h	1,15	2,33	1,57	2,45
18/04/14_12h	1,12	2,45	2,04	2,53
18/04/14-12H	1,14	2,52	2,06	2,56
18/04/14-14H	1,86	2,49	1,86	2,59
21/04/14-10H	2,38	2,38	1,76	2,58
22/04/14-10H	1,72	2,34	2,04	2,44
Min	1,04	1,69	1,56	1,79
Max	2,38	2,64	2,12	2,59
Moyenne	1,66	2,20	1,88	2,17

Tableau n° 11: Résultats d'analyse du suivi journalier de CaO (l) dans le clinker

■ Interprétation des tableaux :

Une analyse du tableau 7 permet d'observer une variation de la teneur en SO_3 pour chaque tranche. Par exemple la teneur en SO_3 pour la tranche >25 varie de 1,32 à 1,48 avec une moyenne de 1,41. La teneur en SO_3 pour la tranche $[15-25]$ varie de 1,23 à 1,4 d'une moyenne 1,31 etc. De



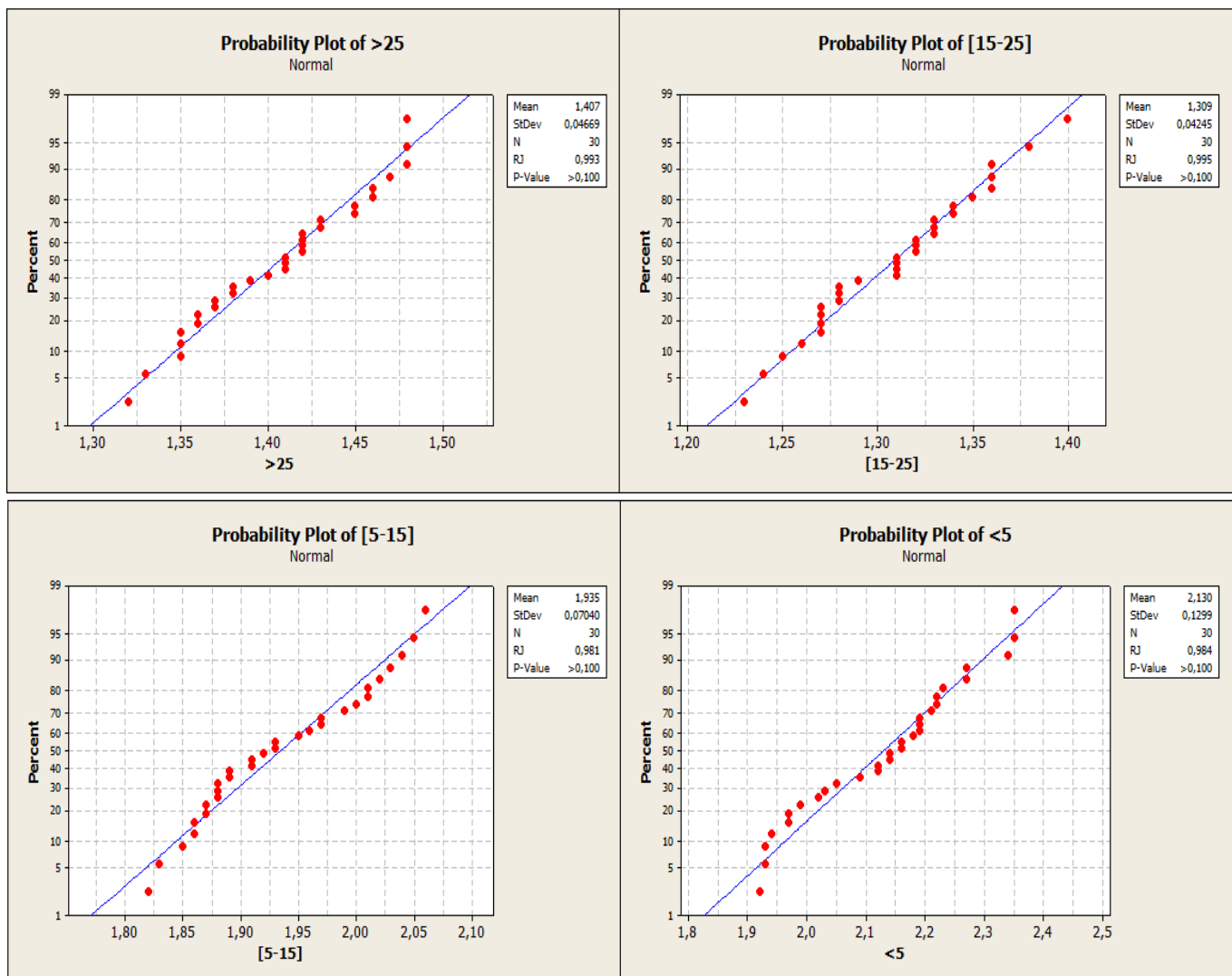
même pour les résultats de C_3S , C_2S , C_3A , et $CaO(L)$ dans les tableaux (8.9.10.11), on constate qu'il y'a des variations des teneurs journaliers pour toutes les tranches $\{>25, [15-25], [5-15], <5\}$.

En utilisant les résultats des tableaux (7, 8, 9, 10, 11) et le logiciel **Minitab**, nous avons appliqué le test de normalité Shapiro-wilk (ryan-joiner) afin de vérifier la normalité des résultats obtenus. La réponse vérifiée est présentée selon les graphes suivants :

■ Pour SO_3 :

Figure 17: Représentation graphique de la normalité des résultats de SO_3 pour les différentes tranches du clinker

■ Pour C_3S :



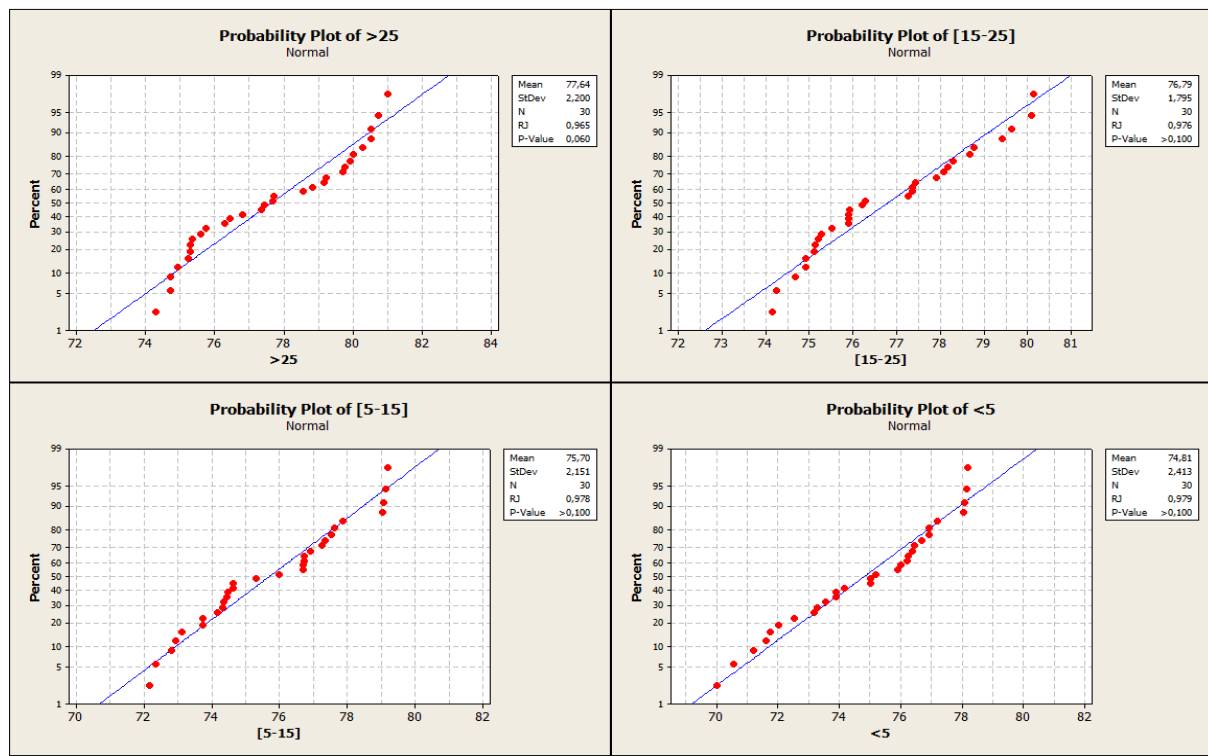


Figure 18: Représentation graphique de la normalité des résultats de C_3S pour les différentes tranches du clinker

Pour C_2S

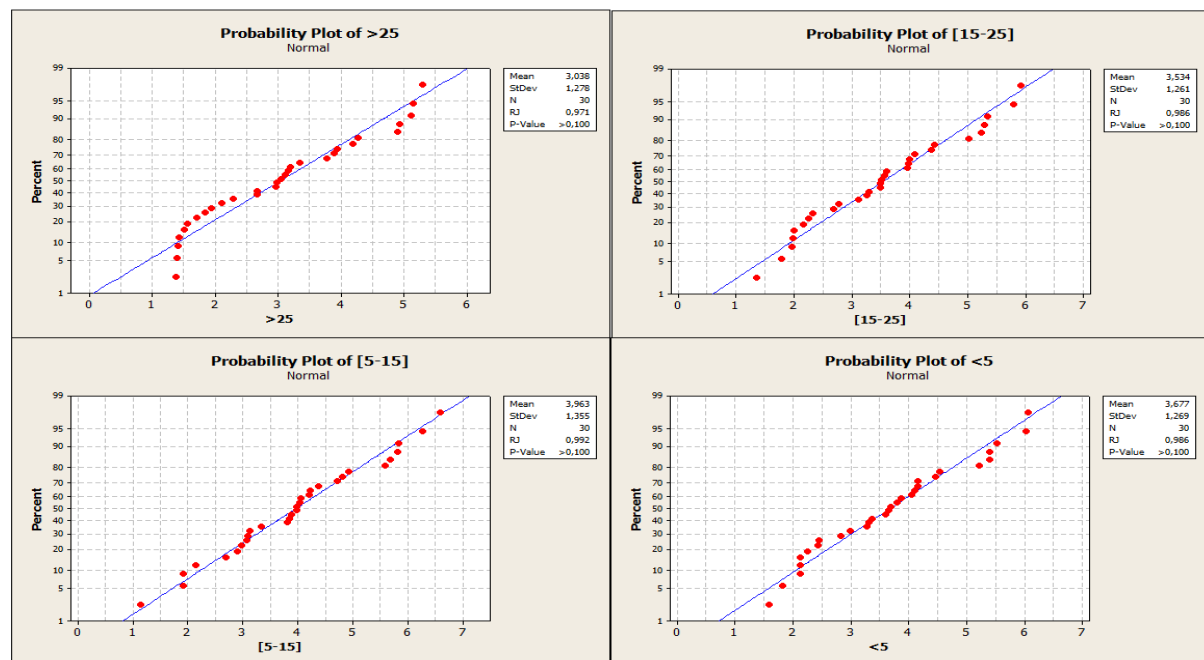




Figure 19: Représentation graphique de la normalité des résultats de C_2S pour les différentes tranches du clinker

■ Pour C_3A

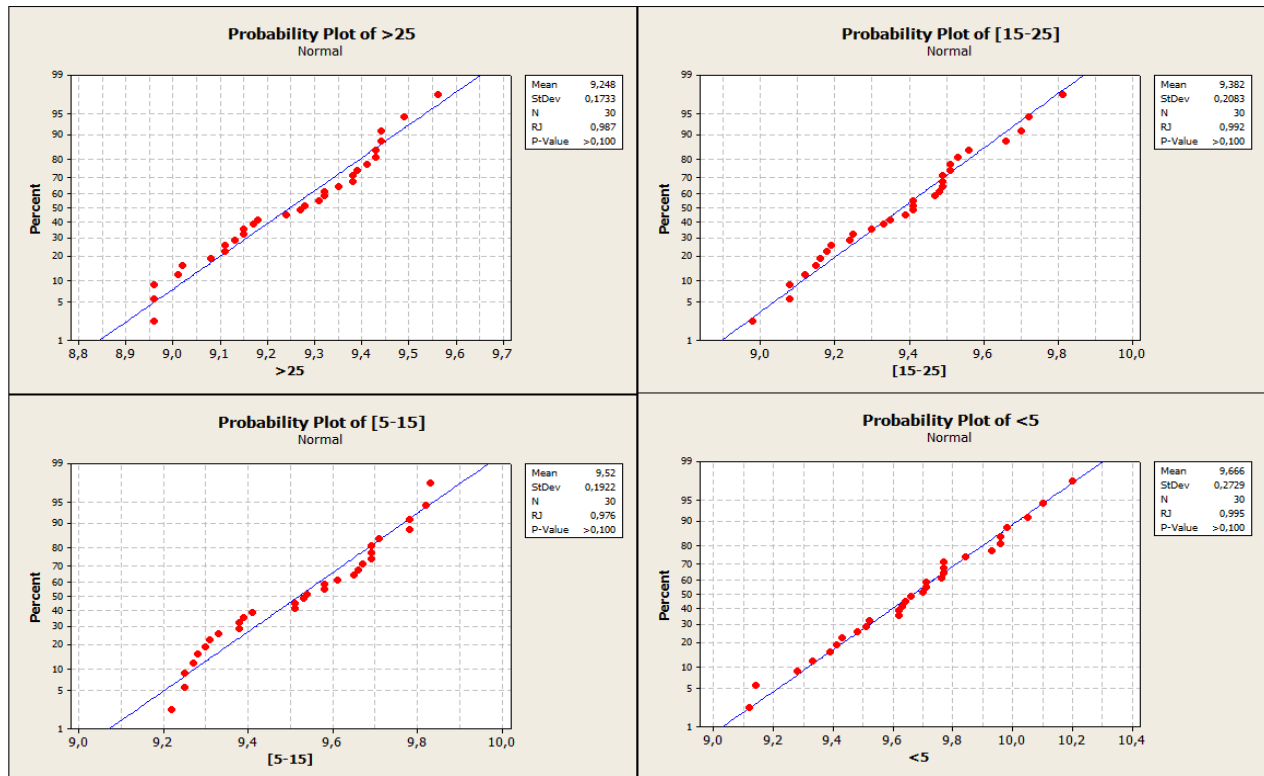
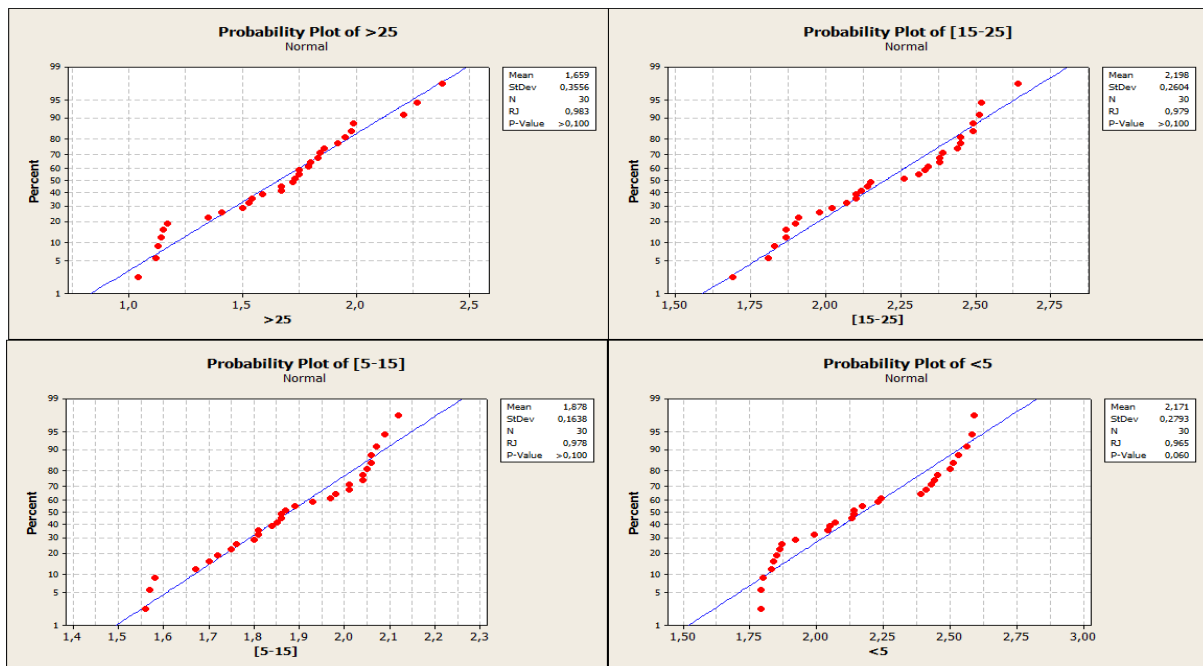


Figure 20 : Représentation graphique de la normalité des résultats de C_3A pour les différentes tranches du clinker

■ Pour CaO libre:



Figures 21 : Représentation graphique de la normalité des résultats de CaO(l) pour les différentes tranches du clinker

■ Démarche statistique

H_0 : la distribution des données suit une loi normale

H_1 : la distribution des données ne suit pas une loi normale

D'après les graphes de test ryan-joiner pour les échantillons {>25, [15-25], [5-15], <5} de SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A , CaO(L), on remarque que les valeurs sont bien distribués autours de la droite. P-value est supérieur à $\alpha = 0,05$ dans tous les éléments issus de la composition chimique et pour les différentes tranches donc :

- On accepte l'hypothèse H_0
- Le test n'est pas significatif
- ➔ La distribution suit une loi normale.

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

Elle a pour but de déduire s'il y'a déjà un facteur taille avant de chercher quelle est la tranche optimale. Nous avons utilisé le test statistique ANOVA 1 (par Excel) pour chaque élément déjà cité.

■ Rapport détaillé pour SO_3 :



Groupes	>25	[15-25]	[5-15]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30
Somme	42,21	39,27	58,04	63,89
Moyenne	1,41	1,31	1,93	2,13
Variance	0,00218	0,001802	0,004957	0,016872

Tableau n°12 : résultat estimé du SO₃ dans le clinker

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

Tableau n°13 : L'analyse de la variance pour SO₃

■ Rapport détaillé pour C₃S :

Groupes	>25	[15-25]	[5-15]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30
Somme	2329,27	2303,78	2270,89	2244,28
Moyenne	77,64	76,79	75,7	74,81
Variance	4,841708	3,221172	4,624927	5,821248

Tableau n°14 : résultat estimé du C₃S dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité	F critique
Entre Groupes	138,42799	3	46,142663	9,97191101	6,7163 E-06	2,682809
A l'intérieur des groupes	536,76261	116	4,627264			
Total	675,19060	119				

Tableau n°15 : L'analyse de la variance pour C₃S

■ Rapport détaillé pour C₂S :

Groupes	>25	[15-25]	[5-15]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30



Somme	91,13	106,01	118,9	110,3
Moyenne	3,04	3,53	3,96	3,68
Variance	1,633039	1,591355	1,835023	1,609464

Tableau n°16 : résultat estimé du C_2S dans le clinker

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

Tableau n°17 : L'analyse de la variance pour C_2S

■ Rapport détaillé pour C_3A :

Groupes	>25	[15-25]	[5-15]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30
Somme	277,43	281,45	285,6	289,99
Moyenne	9,247667	9,381667	9,52	9,666333
Variance	0,030032	0,043394	0,036959	0,074459

Tableau n°18 : résultat estimé du C_3A dans le clinker

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

Tableau n°19 : L'analyse de la variance pour C_3A

■ Rapport détaillé pour $CaO(l)$:

Groupes	>25	[15-25]	[5-15]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30
Somme	49,78	65,94	56,33	65,14



Moyenne	1,66	2,2	1,88	2,17
Variance	0,126434	0,06783	0,026846	0,078012

Tableau n°20 : résultat estimé du CaO(l) dans le clinker

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

Tableau n°21 : L'analyse de la variance pour CaO(l)

D'après l'application du test d'ANOVA-1 sur tous les éléments traités nous avons obtenu les résultats présentés dans le tableau 22 .Pour que le test soit significatif il faut que la probabilité trouvée par le test soit inférieure à la valeur critique de α qui est de 0,05:

Eléments	SO ₃	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	CaO(L)
La probabilité trouvée par l'ANOVA-1	1,7921 E-75	6,7163 E-06	0,00491	5,9093 E-11	4,3546 E-13
La valeur critique de α	0,05				

Tableau n°22 : Résultats estimés de la probabilité pour tous les éléments étudiés

■ Démarche statistique :

H₀ : les moyennes sont égales.

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

Pour un risque de 5%, la valeur de la probabilité trouvée pour chaque ANOVA-1 obtenue pour SO₃, C₃S, C₂S, C₃A, CaO(L) est inférieure à 0.05. L'hypothèse d'égalité des moyennes « **H₀** » est rejetée. On accepte l'hypothèse alternative « **H₁** » où les moyennes des tranches sont significativement différentes.

Nous avons donc conclu qu'il y'a un facteur taille qui influe sur les résultats journaliers du clinker. Après avoir trouvé le facteur taille, qui influe sur les résultats des éléments du clinker, nous avons cherché la taille la plus fréquente.

c. Vérification du test de Fisher

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

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



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

Tableau n°23 : Résultats du Test de Fisher pour tous les éléments étudiés

■ Démarche statistique :

H₀ : les variances ne sont pas significativement différentes

H₁ : Les variances sont significativement différentes

Pour un risque de 5%, la valeur **F obs** trouvée de chaque élément chimique présent dans le clinker est **supérieure** à la valeur **F crit** lue dans la table de Fisher : donc les variances sont significativement différentes.

→ On conclut que le facteur taille influe sur les résultats journaliers du clinker obtenus pour SO₃, C₃S, C₂S, C₃A et la chaux libre.

d. Etude du pourcentage granulométrique des tranches

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

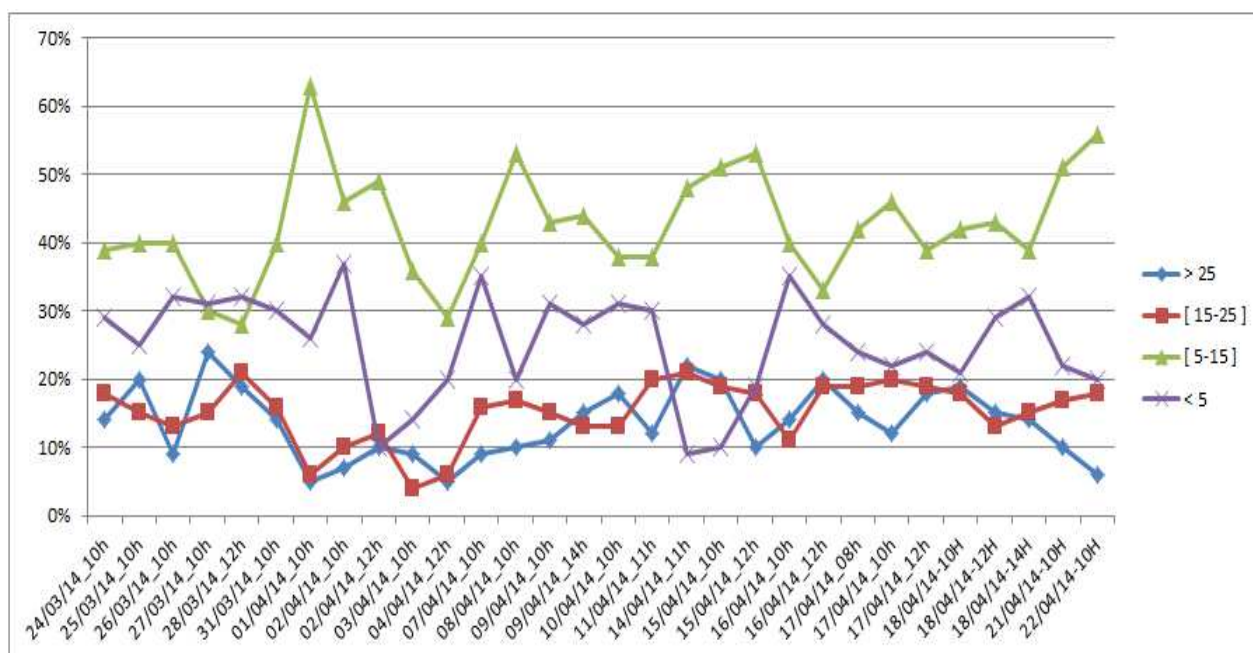
	>25	[15-25]	[5-15]	<5
24/03/14_10h	14	39	39	29
25/03/14_10h	20	15	40	25
26/03/14_10h	9	13	40	32



27/03/14_10h	24	15	30	31
28/03/14_12h	19	21	28	32
31/03/14_10h	14	16	40	30
01/04/14_10h	5	6	63	26
02/04/14_10h	7	10	46	37
02/04/14_12h	10	12	49	10
03/04/14_10h	9	4	36	14
04/04/14_12h	5	6	29	20
07/04/14_10h	9	16	40	35
08/04/14_10h	10	17	53	20
09/04/14_10h	11	15	43	31
09/04/14_14h	15	13	44	28
10/04/14_10h	18	13	38	31
11/04/14_11h	12	20	38	30
14/04/14_11h	22	21	48	9
15/04/14_10h	20	19	51	10
15/04/14_12h	10	18	53	19
16/04/14_10h	14	11	40	35
16/04/14_12h	20	19	33	28
17/04/14_08h	15	19	42	24
17/04/14_10h	12	20	46	22
17/04/14_12h	18	19	39	24
18/04/14-10H	19	18	42	21
18/04/14-12H	15	13	43	29
18/04/14-14H	14	15	39	32
21/04/14-10H	10	17	51	22
22/04/14-10H	6	18	56	20
Moyenne	14	15	43	25

Tableau n°24 : pourcentages granulométriques des quatre tranches du clinker

Les résultats du tableau 24 sont représentés graphiquement dans la figure 22 afin de faciliter l'analyse et l'interprétation des données. On obtient alors un graphe qui représente la variation du pourcentage granulométrique des différentes tranches du clinker.



Figures 22 : Variation du pourcentage granulométrique des différentes tranches

■ Interprétation

D'après ce graphe issu des résultats journaliers, il s'avère que la tranche [5-15] est la tranche la plus fréquente avec le pourcentage le plus élevé d'une moyenne de 43%. Donc la condition pour effectuer une analyse sur un échantillon de taille [5-15] est validée.

e. Evaluation et comparaison des résultats d'analyse du clinker à la sortie du four avec celle de la référence (Test de Student)

Les résultats d'analyse par spectromètre de fluorescence X des éléments (l'aluminate tricalcique (C_3A), l'alite-Silicate tricalcique (C_3S), Silicate bi-calcique (C_2S), la chaux libre $CaO(L)$, et de sulfate SO_3) des différents échantillons du clinker sont déjà cités dans les tableaux (7, 8, 9, 10, 11). Pour rapprocher les résultats d'analyse du suivi journalier avec ceux souhaités (du clinker), on utilise un test statistique pour comparer la moyenne du suivi et celle de la référence utilisée par le laboratoire (considérée comme une valeur visée). Les résultats du test sur 30 échantillons de chaque élément et pour chaque tranche sont regroupés dans le tableau 25 :



	Tranches	Moyenne Xm	Référence R	Xm-R	Variance	écart type(S)	S/√n	t calculée	t critique
SO ₃	>25	1,41	1,94	0,53	0,0022	0,0467	0,0085	62,174	2,05
	[15-25]	1,31		0,63	0,0018	0,0424	0,0078	81,288	
	[5-15]	1,93		0,01	0,005	0,0704	0,0129	0,7779	
	<5	2,13		0,19	0,0169	0,1299	0,0237	8,0118	
C ₃ S	>25	77,64	75,75	1,89	4,8417	2,2004	0,4017	4,7046	2,05
	[15-25]	76,79		1,04	3,2212	1,7948	0,3277	3,1739	
	[5-15]	75,7		0,05	4,6249	2,1506	0,3926	0,1273	
	<5	74,81		0,94	5,8212	2,4127	0,4405	2,1339	
C ₂ S	>25	3,04	4,16	1,12	1,633	1,2779	0,2333	4,8004	2,05
	[15-25]	3,53		0,63	1,5914	1,2615	0,2303	2,7354	
	[5-15]	3,96		0,2	1,835	1,3546	0,2473	0,8087	
	<5	3,68		0,48	1,6095	1,2686	0,2316	2,0723	
C ₃ A	>25	9,25	9,55	0,3	0,03	0,1733	0,0316	9,5555	2,05
	[15-25]	9,38		0,17	0,0434	0,2083	0,038	4,426	
	[5-15]	9,52		0,03	0,037	0,1922	0,0351	0,8547	
	<5	9,67		0,12	0,0745	0,2729	0,0498	2,3351	
CaO(L)	>25	1,66	1,92	0,26	0,1264	0,3556	0,0649	4,005	2,05
	[15-25]	2,2		0,28	0,0678	0,2604	0,0475	5,8885	
	[5-15]	1,88		0,04	0,0268	0,1638	0,0299	1,3372	
	<5	2,17		0,25	0,078	0,2793	0,051	4,9025	

Tableau n°25: Résultats de la comparaison des moyennes de chaque élément du clinker à celles de référence.

■ Interprétation

Pour un risque de 0.05 et un degré de liberté de 29 (n-1), la valeur critique lue dans la table de Student est de : **2.0452**

Pour tous les éléments SO₃, C₃S, C₂S, C₃A, CaO(L), on remarque que **T_{obs}** calculée pour la tranche [5-15] du clinker est inférieure à **t_{critique}**, donc on accepte l'hypothèse H₀ celle d'égalité des moyennes c'est-à-dire que la moyenne Xm et la référence R ne sont pas significativement différentes.

Par contre, pour les tranches du clinker {>25 ; [15-25] ; <5} on constate que : **T_{obs}** est supérieure à **t_{critique}** pour tous les éléments SO₃, C₃S, C₂S, C₃A et CaO (Libre), donc on rejette l'hypothèse H₀ égalité entre les moyennes et la valeur critique et on accepte l'hypothèse alternative H₁ où les moyennes et les valeurs visées sont significativement différentes et le test est significatif.



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

3. Conclusion

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

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

Le traitement statistique effectué nous a permis de conclure qu'il y'a toujours une conformité entre la moyenne des résultats obtenus pour la tranche [5-15] et celle de référence utilisée par le laboratoire.

La tranche [5-15] est donc l'échantillon le plus représentatif qu'on peut utiliser pour les analyses journalier du clinker.



Conclusion générale

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

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

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

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

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