

Master ST CAC Agiq

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

Nom et prénom: MAATAOUY Dounia

Année Universitaire : 2012/2013

Titre: Etude des tranches granulométriques du clinker

Résumé

La qualité du ciment dépend de la composition chimique des matières premières qui entrent dans la synthétisation de clinker. Le clinker est un produit semi-fini qui résulte de la cuisson d'un mélange composé d'une quantité de calcaire en grande partie et d'une quantité beaucoup moins faible constitué d'argile, de schiste et de minerais de fer, le rassemblement de tous ces composés à l'entrée four est dit « cru ».

La cuisson du cru dans le four rotatif à une température de 1400°C aboutit à la formation du clinker qui est le produit de base du ciment. Pour cette raison, le clinker doit subir un contrôle strict et rigoureux. Il subit un refroidissement brusque qui provoque une texture et une granulométrie différente. La granulométrie du clinker est effectuée après sa cuisson, les grains issus de la clinkérisation sont répartis en trois parties contenant quatre tranches.

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

Mots clés: Clinker, Cuisson, Optimisation, Cru, four.



Sommaire

Introduction	1
Chapitre I : Présentation du procédé de fabrication	
I- Présentation générale de la société :	2
II- Renseignements administratifs et chiffre clés :	2
III- Historique de HOLCIM Maroc :	3
IV- Activités principales :	4
V- historique du ciment :	5
VI- Qu'est ce que le ciment :	6
VII- Procédé de fabrication du ciment :	7
VII-1- Les différentes voies de fabrication :	7
VII-2- Procédé de fabrication de ciment par voie sèche (Le cas de Holcim de Fès):	8
Chapitre II : Contrôle qualité du ciment	
I- Les essais chimiques :	14
I-1- Analyse par fluorescence X :	14
I-2- La perte au feu :	15
II- Les essais physiques :	16
II-1- La finesse :	16
II-2- La prise :	17
II-3- Essais de flexion et de torsion :	17
Chapitre III : Importance du clinker dans l'hydratation du ciment	
I- Définition du clinker :	18
I-1- composition du clinker :	18
II- Caractéristique du ciment portland :	19
II-1- Hydratation du ciment :	19
II-2- Rôles physiques des éléments du clinker dans le ciment :	20
II-3- la prise du ciment :	21
II-4- Influence du gypse sur le ciment :	22
Chapitre IV : Etude des tranches granulométriques du clinker	
I- Présentation du problème:	25
II- technique d'analyse :	25
III- Traitement statistique des résultats d'analyse :	25
III-1- Méthodes statistiques :	26
III-2- Evaluation des résultats d'analyse du clinker :	29



<i>Conclusion</i>	46
<i>Références Bibliographiques</i>	47
<i>Annexes</i>	48



Introduction

Ces dernières années, notre pays est devenu un grand chantier ouvert. De nombreux projets de construction économiques et sociaux ont été construits, d'autres sont en cours de réalisation, ce qui justifie la forte demande sur le ciment.

Pour répondre à cette demande qui est en perpétuelle augmentation, la maîtrise du processus de fabrication du ciment est indispensable. Ce processus intègre des technologies diverses dans un environnement en perpétuelle concurrence.

La qualité du ciment dépend surtout de la composition chimique des matières premières qui entrent dans la synthétisation du clinker.

L'étape de fabrication de ce produit intermédiaire représente la partie la plus coûteuse dans le procédé entier de fabrication ce qui demande une utilisation du clinker dans la fabrication 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 coût de fabrication, le clinker doit subir un contrôle strict et rigoureux. Après la cuisson à une température de 1450°C du cru « mélangés 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. La granulométrie 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'opérer une analyse granulométrique et chimique du clinker en vue de chercher la meilleure taille des grains « tranche optimale » du clinker au quel doit se référer le laboratoire afin de minimiser le temps et diminuer la marge d'erreur.

La réalisation de ces objectifs constitue la base de notre étude réalisée dans le cadre d'un projet de fin d'études, elle est basée principalement sur :

L'utilisation des outils statistiques pour traiter les différents résultats trouvés à partir d'analyse chimique par spectromètre à rayons X effectuée sur des échantillons du clinker prélevés à la sortie du four. L'objectif étant la récolte du maximum d'information sur la tranche la plus représentative du clinker.

L'organisation de ce rapport se présente comme suit :

- **Chapitre I : Présentation du procédé de fabrication**
- **Chapitre II : Contrôle qualité du ciment**
- **Chapitre III : Importance du clinker dans l'hydratation du ciment**
- **Chapitre IV : Etude des tranches granulométriques du clinker**

I- Présentation générale de la société :

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 été conçue avec une possibilité de doublement de capacité si les besoins du marché le justifient, cela et



prévu pour 2010 avec l'installation du nouveau broyeur preka. L'usine s'étend sur 230 hectares et produit actuellement trois type de ciment : le CPJ 35, 45 et 55.



Figure 1 : Holcim Ras El Ma

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.

Holcim Maroc est un groupe cimentier national présent dans différentes régions du Maroc et disposant d'une capacité de production de 4,5 millions de tonnes/an.

II- Renseignements administratifs et chiffre 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 %
- Effectif du personnel : 100
-
- Siège social : 22, Rue Jabal Ayachi –AGDAL– RABAT.
- Tél : 212 37 71 02 02
- Fax : 212 37 71 02 60
- Adresse électronique : contact@Holcim.ma
- Site web : www.Holcim.co.ma

III- Historique de HOLCIM Maroc :



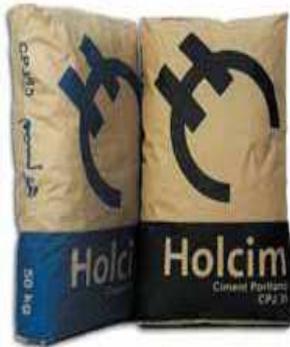
Le nom HOLCIM est simple et facile à retenir : Hol rappelle les origines du Groupe (le village Holderbank), et CIM symbolise l'activité du ciment. Ce changement intervient alors que le groupe HOLCIM, l'actionnaire majoritaire a décidé d'unifier, dans le cadre d'une nouvelle stratégie de communication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

- En 1972, la Création d'une entreprise pour la construction d'une cimenterie à Oujda.
- La Cimenterie Maghrébine (CIMA). Son capital de 75 millions de dirhams se répartissait à égalité entre le Maroc par le biais de l'Office pour le Développement Industriel (ODI), et l'Algérie par le biais de la Société Nationale des Matériaux de Construction (SNMC).
- 1976 : La Création de La Cimenterie de l'Oriental (CIOR), Société anonyme pour poursuivre la réalisation de la cimenterie d'Oujda.
- 1979 : La mise en route de l'unité d'Oujda (deux lignes de cuisson), sa capacité de production est de 1,2 Mt / an.
- 1980 : La création d'un centre d'ensachage à Fès de 0,5 Mt an de capacité.
- 1982 : La création d'un centre d'ensachage à Casablanca de 0,35 Mt an de capacité. Réalisation d'une voie de chemin de fer pour acheminer une partie de la production d'Oujda vers Fès et Casablanca.
- Acquisition de 85 wagons-citernes pour le transport du ciment en vrac.
- 1989 : CIOR installe à Doukkarat (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 REM.
- 2000 : La démarche ISO 9001 et ISO 14001 a été mise en place à l'usine de FÈS REM pour garantir la maîtrise et l'amélioration continue de la quantité des produits et services ainsi que le respect de l'environnement.
- 2001 : La mise en place de dispositif de traitement de combustibles de substitution et d'un laboratoire spécifique doté d'équipement à la pointe de la technologie.
- 2002 : CIOR change de nom et d'identité visuelle et devient HOLCIM Maroc.
- Démarrage de HOLCIM Granulats.
- 2004 : l'extension de la cimenterie de Fès.
- 2005 : Démarrage du centre d'ensachage et de distribution de Settat.
- 2006 : Extension du centre de Nador.
- 2007 : Démarrage de la cimenterie de Settat et de la plate forme Ecoval.
- 2013 : deuxième extension de la cimenterie de Fès.
-

IV-Activités principales :

Les activités principales de HOLCIM sont : le ciment, le béton et les granulats.

↳ 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). Les ciments qui sont produits sont certifiés NM (Norme Marocaine des ciments).

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

↳ Béton :

Le béton est le matériau de construction le plus utilisé dans le monde (1m³/humain/an) Holcim Bétons, filiale à 100% de Holcim Maroc, produit du béton prêt à l'emploi dans des unités appelées centrales à béton et assure son transport jusqu'au lieu d'utilisation dans des camions malaxeurs. Holcim Bétons, est présente sur le marché de l'Oriental, du Centre et du Centre-Nord avec 10 centrales (Fès, Nador, Settat, 2 à Rabat, 2 à Tanger, et 3 à Casablanca).

↳ Granulats :

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

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 :

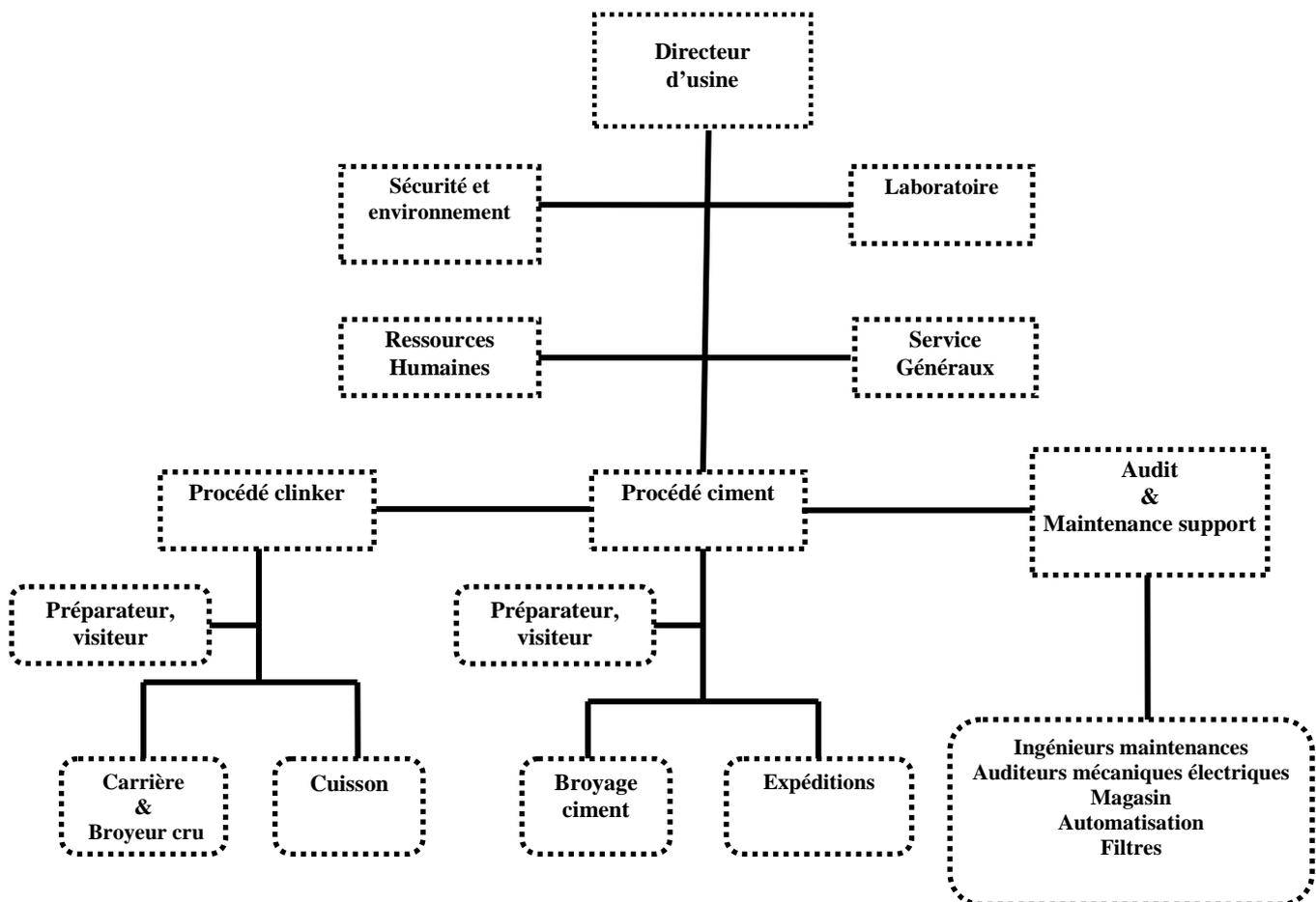


Figure 2 : Organigramme de la direction de Holcim Ras El Ma

V- historique du ciment :

Dans le foisonnement des découvertes du 18^{ème} 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 portlandien).

VI-Qu'est ce que le ciment :

A nos jours, le ciment étant un liant hydraulique utilisé dans différents domaines, principalement comme matériel de construction. Il est fabriqué à partir de la cuisson, le mélange et le broyage des différentes matières premières.

Tout d'abord, sont mélangés du calcaire, de l'argile et des additifs tels que le minerai de fer, le schiste, ce mélange appelé "cru", est broyé et porté à haute température (~1450°C) dans un four cylindrique. Les transformations physico-chimiques provoquent la création d'un produit appelé clinker. Par la suite l'ajout de différents éléments additifs tels que le gypse, la pouzzolane, cendre volante et le calcaire nous donne le ciment.

VII- Procédé de fabrication du ciment :

VII-1- Les différentes voies de fabrication :

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 comprend la fabrication du clinker suite à la cuisson d'un mélange cru (ou farine). Cette farine est composée en grande proportion de calcaire 80%, de argile 15% et 4 % de schiste 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 matières de corrections (ajouts) constitués, dans le cas de l'unité de Ras El Ma, cendre volante, gypse, calcaire, pouzzolane, Suivant les qualités du ciment souhaité, le clinker est plus ou moins dilué.

L'Usine HOLCIM ras el ma produit trois types du ciment :(cpj35, cpj45, cpj55).

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 matière première est préparée en voie humide, puis séchée avant le four.

-

- **La voie semi sèche** : la farine crue, sèche, passe d'abord dans un granulateur où elle est humidifiée.

- **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.

VII-2-Procédé de fabrication de ciment par voie sèche (Le cas de Holcim de Fès):

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

Depuis la carrière d'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) :

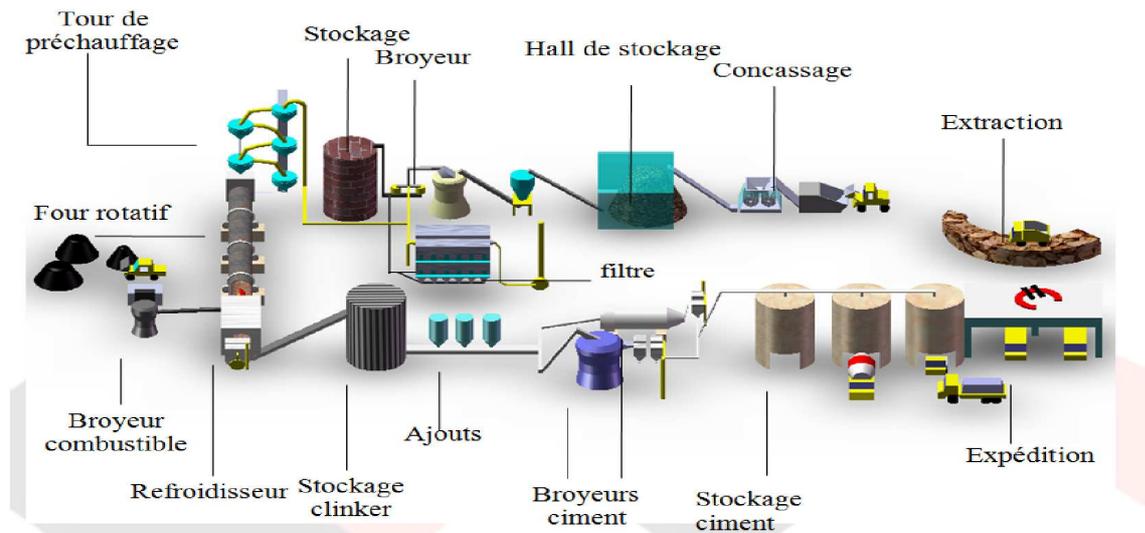


Figure 3 : Schéma du procédé de fabrication du ciment à la cimenterie de Ras El Ma

VII-2-a-Matière première :

La matière première est composée du calcaire, argile, le schiste, minerais de fer :

↳ Calcaire :

L'usine HOLCIM s'est installée à Ras el Ma à cause de la richesse de cette région avec la roche sédimentaire qui est le calcaire. C'est le constituant majeur du clinker, il représente 80%. Il est prévu que HOLCIM profite de cette carrière calcaire durant une période de 100 ans. Plus le calcaire est blanc plus il est pur, l'élément majeur dans le calcaire est le CaCO_3 .

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

↳ Argile :

L'argile est une roche sédimentaire, composée par une large part de minéraux spécifiques, Silicates en générale, d'aluminium plus ou moins hydratés, qui présentent une structure feuilletée



(phyllo silicates) qui explique leur plasticité ou bien une structure fibreuse (sépiolite et palygorskite) qui explique leurs qualités d'absorption.

On les classe en trois grands familles selon l'épaisseur des feuillets (0.7, 1 ou 1.4nm) qui correspondent à un nombre de couche d'oxydes tétraédrique (Si) et octaédrique (Al, Ni, Mg, Fe²⁺, Fe³⁺, Mn, Na, K...). Le gisement de l'argile se situe dans une région d'azrou. Il intervient dans le ciment par sa composition riche en alumine et silicate.

↳ **Le schiste :**

Le schiste est une roche métamorphique d'origine sédimentaire (souvent une argile) qui sous l'action de la pression et de la température, a acquis un débit régulier en plans parallèles que l'on appelle plan de schistosité.

Le plan de schistosité est perpendiculaire à la direction de l'aplatissement. Deux épisodes de déformation de directions différentes conduit à la formation de deux directions de schistosité différentes et à la création de 'frite' (morceau de roche allongé), de section assez petite, typiquement 1 centimètre ou moins.

Les schistes tirés des terrils houillers, servent à la réaction des assises de chaussées. Il en existe deux types :

Les rouges résultant d'une cuisson à l'intérieur de terrils entrés spontanément en combustion, ce qui leur a donné une meilleure résistance mécanique. Les noirs, l'état naturel, plus friable et plus gras. Le gisement est exploité dans une carrière située à la région de SEFROU à 45 Km de l'usine. Il intervient dans le ciment comme élément de correction par sa composition riche des silicates.

↳ **Minerai de fer :**

Le minerai de fer provient d'une carrière se trouvant à 17km d'azrou. Il intervient pour compenser le manque de Fe₂O₃.

Les matières utilisées comme ajouts :

Ce sont le gypse, cendre volante, pouzzolane et calcaire :

↳ **Le gypse :**

Le gypse est un minéral composé de sulfate hydraté de calcium de formule CaSO₄, 2(H₂O) ainsi qu'une roche évaporitique. Le gisement du gypse se situe dans la région d'Ifrane.

↳ **Les 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. Les cendres volantes peuvent avoir différentes compositions chimiques et phasiques dépendant des impuretés contenues dans le charbon utilisé. Son rôle se résume dans l'aspect et la couleur grise du ciment et ils Réduisent le coût des ciments.

↳ **La pouzzolane :**



Les pouzzolanes sont exploitées pour la production des ciments composés. Ce 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.

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

VII-2-b-Extraction et concassage :

↳ L'extraction :

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. Elles sont extraites au niveau de la carrière à proximité de l'usine à ciel ouvert sous forme de blocs de dimensions très variées par abattage en grande masse, au moyen d'explosifs. Les autres matières premières : Schiste, Sable et Minerai de Fer sont extraites d'autres carrières et sont transportés jusqu'à l'usine pour être stockés.

↳ Concassage :

En vue d'optimiser et faciliter le stockage et la manutention des matières premières, les blocs extraits au niveau de la carrière sont introduits au niveau du concasseur pour réduire leurs dimensions (5 à 10 cm). Pour réduire la taille des blocs, le concassage consiste à soumettre les matières premières à des efforts d'impact, d'attraction, de cisaillement ou de compression.

Le type du concasseur est choisi en fonction du procédé de concassage adopté par la cimenterie et la granulométrie dit positionnelle et l'état hydrique des matières premières.

VII-2-c-Préparation du cru :

Le composé de base (clinker) des ciments actuels est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃), et l'oxyde de fer (Fe₂O₃). La chaux nécessaire est apportée par des roches calcaires, l'alumine, la silice et l'oxyde de fer par des argiles, schiste et minerai de fer. Les matériaux se trouvent dans la nature. Les matières premières (calcaire, schiste, argiles, fer) sont finement broyées (0,1 mm) afin d'obtenir le "cru".

Il existe quatre trémies assurant le stockage des matières premières, il y a deux convoyeurs ou bandes navettes :

- La première permettant suivant la consigne appliquée de remplir la trémie du calcaire et du schiste.
- La seconde pour remplir la trémie de l'argile et de minerai de fer.

Le pesage précis des matériaux introduits dans le broyeur est aussi important, car il détermine la stabilité de la composition chimique du cru, ce pesage est assuré par des doseurs installés après chaque trémie. Les doseurs régulent les proportions désirées de chaque matière en agissant sur la vitesse de translation de la bande transporteuse.



Bande navette : est une bande qui peut tourner dans les deux sens suivant le sens de rotation du moteur d'entraînement, une fois le dosage effectué, les constituants sont lâchés sur une bande transporteuse pour le broyage.

↳ **Broyeur cru** :

Les matières préparées par le procédé du concassage et la pré-homogénéisation doivent être maintenues réduites à la finesse requise pour la cuisson. Le broyeur 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 dirigées vers le séparateur monté sur le broyeur, la pression des galets est fournie par un système de vérins hydrauliques.

↳ La composition chimique du « cru » :

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

Tableau N°1 : pourcentage des éléments chimiques constituant le cru.

VII-2-d-Le dépoussiérage :

Le transport de la farine du crû par des aéroglisteurs risque de générer des poussières. Le système de dépoussiérage consiste à éliminer les émissions des poussières par l'utilisation d'un filtre à manches ou d'électro-filtre pour une meilleure protection de l'environnement.

VII-2-e-Stockage et homogénéisation de cru :

L'atelier de l'homogénéisation a pour rôle d'assurer un stock tampon de farine entre le four et l'atelier cru, ainsi que rendre le plus stable possible la composition chimique et granulométrique de la farine à l'alimentation du four pour que la cuisson soit régulière. Le cru est homogénéisé et ensuite stocké dans le silo d'Homogénéisation de capacité 4500 tonnes.

VII-2-f-La cuisson du cru :

La cuisson s'effectue selon le procédé voie sèche intégrale. La ligne de cuisson est constituée de :

- Une tour de préchauffage à cinq étages de cyclones dite aussi tour DOPOL.
- Une mini-précalcination.
- Un four rotatif de 3.8 m de diamètre et de 62 m de longueur utile et dont la vitesse de rotation peut atteindre 5.2 tour /min.

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 en réutilisant une partie de l'énergie calorifique évacuée par les gaz d'exhaure du four.

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.

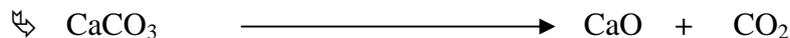
Au fur et à mesure de son avancement dans le four, la matière complète sa décarbonatation et se transforme par cuisson jusqu'à ce qu'il devient « clinkérisé ».

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

↳ **Dans le four on distingue trois phases :**

- Phase de décarbonatation ou fin décarbonatation :

Comprise entre 820 et 900°C :



- Phase transitoire ou phase liquide Caractérisée par la formation des combinaisons provisoires :



C = chaux (CaO) → basique

S = silice (SiO₂) → acide

A = alumine (Al₂O₃) → acide

F = oxyde de fer (Fe₂O₃) → acide

Magnésie (MgO) → basique

Le clinker contient encore en faible quantité des alcalins (Na₂O, K₂O), de la magnésie (MgO), divers traces de métaux.

Le teneur en alcalin et magnésie doit rester faible car ces matières peuvent influencer défavorablement sur le durcissement du ciment.

- Phase de clinkerisation : (1420 à 1450) °C → transformation de C₂S en C₃S.

VII-2-j-Refroidissement :



A l'aval du four le clinker sort avec une température dépassent 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 difficile 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 (refroidisseurs à grilles, refroidisseurs rotatifs...) celui utilisé chez HOLCIM est le refroidisseurs à grilles.

VII-2-h-Broyage du ciment :

Le clinker et les ajouts, qui sont des matériaux grossiers par rapport à la granulométrie du ciment, sont introduits au niveau du broyeur dans des proportions prédéfinies pour subir des efforts mécaniques du broyage et produire ainsi le ciment qui est d'une finesse inférieur à 40 microns. L'atelier de broyage comprend le broyeur, le séparateur (qui sélectionne les particules selon leur grosseur), le dépoussiéreur du broyeur. Les ajouts (gypse, calcaire, cendre volante, pouzzolane) avec des pourcentages différent selon la qualité souhaitée du ciment (cpj35, cpj45 et cpj55).

Ciment	CPJ35	CPJ45	CPA55
Calcaire	23%	8%	0%
Cendres volantes	3%	2.52%	0%
Gypse	2%	3.14%	4.64%
Clinker	72%	66.34%	86.36%
Pouzzolane	0%	20%	9%

Tableau N°2 : Pourcentage de différente matière dans le ciment.

VII-2-i-Stockage et expédition :

Le ciment est transféré par voie 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.



Introduction :

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 encore la vérification de toutes les composantes de la production.

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 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 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, 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 différents contrôles effectués sont :

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

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 Ras El Ma on trouve des différentes procédures chimiques et physiques nécessaires pour effectuer ces contrôles.

I- Les essais chimiques :

I-1-Analyse par fluorescence X :

La spectrométrie de fluorescence X (FX ou XRF pour X-ray fluorescence) est une technique d'analyse élémentaire qui permet de :

Qualifier les éléments chimiques présents dans un échantillon. Après cette étape nous connaissons les éléments constituant l'échantillon (ex. : Carbone, Fer, Chrome, Nickel,...).

Quantifier les éléments présents (ex. : Carbone 0.02%, Fer 72,98 %, Chrome 18 % et Nickel 9%).

Le principe de l'analyse est le suivant : nous excitons l'échantillon avec un Rayonnement standard (sollicitation avec un tube à rayon X) et nous analysons le rayonnement propre réémis par l'échantillon.



Figure 4 : Spectroscopie à fluorescence X

I-2-La perte au feu :

Cette expérience nous permet de déterminer la teneur en H_2O et CO_2 présent dans la farine traitée, qui ont été évacués pendant un traitement thermique dans un four à moufle pendant 20 min.

$$PAF = \frac{(m_t + m) - m_f}{m} \times 100$$

m_t : masse du creuset

m : prise d'essai

m_f : poids du creuset + prise d'essai après calcination.



II- Les essais physiques :

II-1- La finesse :

C'est une étude granulométrique qui consiste à déterminer le pourcentage des grains selon leurs dimensions en passant l'échantillon à travers un tamis à porosité déterminée par un courant d'air.

Les grains dont les dimensions supérieures aux mailles du tamis constituent donc le refus.





$$\%Refus = \frac{m_{refus}}{m_{initiale}} \times 100$$

II-2- La 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, on mesure ce temps et on le compare aux temps standards.



L'aiguille de Vicat

II-3- Essais de flexion et de torsion :

↳ Essai de rupture par flexion :

Il permet de déterminer la contrainte de traction par flexion. La rupture est effectuée sous charge concentrée dans une machine munie d'un dispositif comportant 3 appuis.

↳ Essai de rupture par torsion :

La rupture est effectuée à l'aide d'un appareil appelé presse, muni d'un dispositif qui casse les moules en détectant la force qu'ils ont supportés en Méga Pascal (MPa).

Pour les deux cas il faut d'abord préparer des moules de béton. Ces moules vont subir des périodes différentes (2 jours, 7 jrs et 28 jrs) dans une humidité constante de 95%.

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





Presse

moule de béton

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

I- Définition du clinker :

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



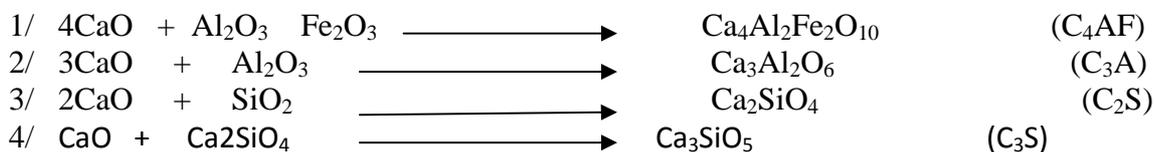
I-1-composition du clinker :

Quatre composants naissent des réactions chimiques induites lors de la cuisson.

Il s'agit :

- Du silicate bi calcique $2\text{CaO} - \text{SiO}_2$ (C_2S) : représente 10-20% du clinker, responsable du durcissement à long terme du ciment.
- Du silicate tricalcique $3\text{CaO} - \text{SiO}_2$ (C_3S) : représente 55-70% du clinker, responsable du durcissement à court terme.
- De l'aluminate tricalcique $3\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3$ (C_3A) : représente 3-15% du clinker, est le composant le plus réactif et cause de dégagement de chaleur.
- De l'alumino-ferrite tétra calcique $4\text{CaO} - \text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3$ (C_4AF) : représente 5-15% du clinker, peut influencer la température de formation du clinker.
- De sulfate SO_3 : Sous forme de K_2SO_4 , Na_2SO_4 ou CaSO_4 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.
- CaO (libre): lorsqu'elle dépasse 3 % elle est à l'origine (à court terme) de l'expansion du ciment.

↳ Les réactions ayant lieu sont les suivantes :



Le graphique ci-dessous montre le développement des résistances dans le temps des constituants purs du ciment portland :

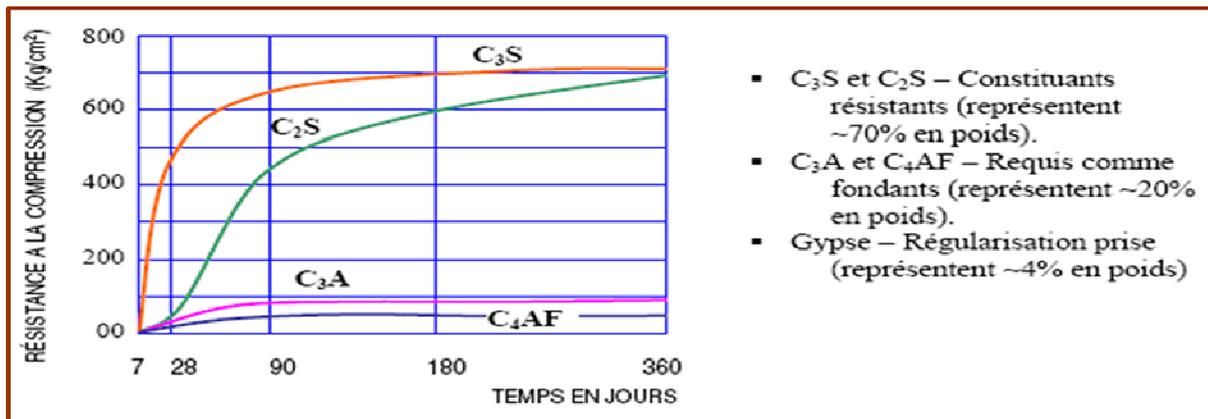


Figure 5 : Le développement des résistances dans le temps des constituants purs du ciment.

II- Caractéristique du ciment portland :

II-1- Hydratation du ciment :

Dans une poudre de ciment portland en contact avec l'eau, l'aluminate tricalcique (C₃A) réagit en premier, se dissout et se recristallise. Vient ensuite la réaction d'hydrolyse, de l'alite-Silicate tricalcique (C₃S) forme autour des grains une pellicule de gel et met en même temps des ions Ca²⁺ en solution. L'hydrolyse et la recristallisation de (C₃A) sont rapides. Cette activité est si grande qu'il faut la retarder par le gypse.

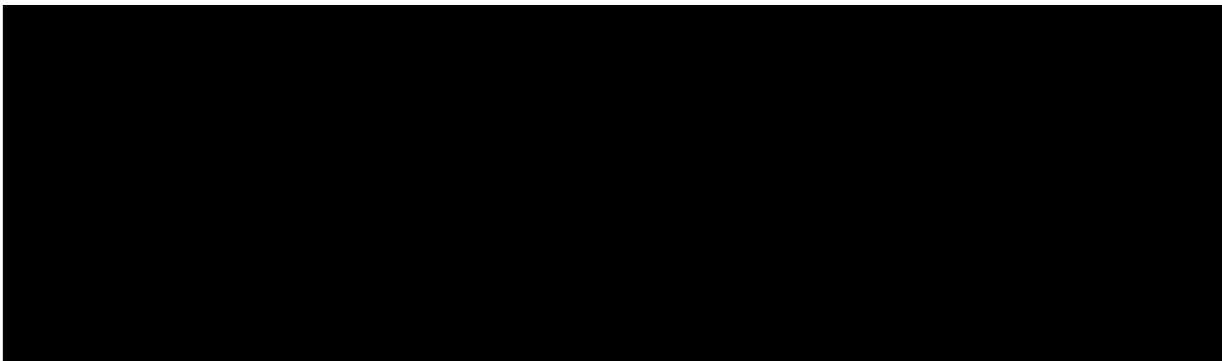


Figure 6: Vitesse d'hydratation des phases du ciment

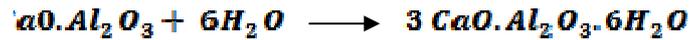
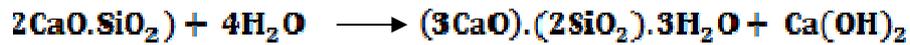
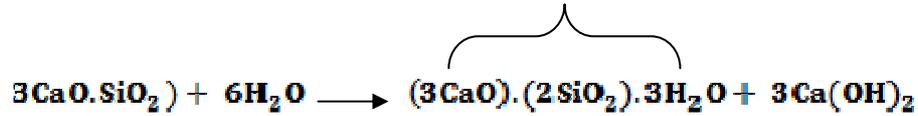
D'après la courbe on constate que l'aluminate et ferrite présentent une plus grande vitesse d'hydratation par rapport aux silicates, mais fournissent une contribution modeste aux résistances mécaniques.

Les réactions du ciment Portland en présence d'eau ou "hydratation" produisent des composés hydratés qui permettent de lier les différentes particules de ciment et de granulat ce qui confère au béton ces qualités de résistance mécanique.



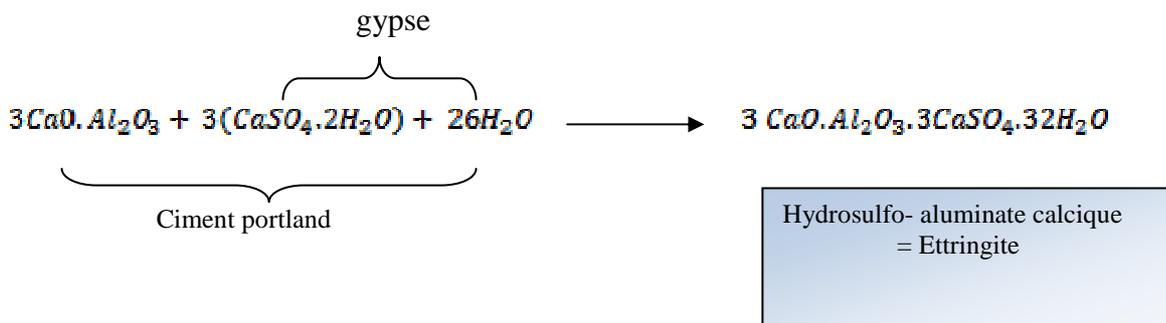
↳ Les réactions principales de l'hydratation du ciment :

(C.S.H) ou (tobermolite) = l'hydrosilicate de calcium



- Le "CSH" ou **tobermolite** n'est pas un composé stoechiométrique et cristallin, mais a les caractéristiques d'un "gel".
- Gel = substance constituée de particules de dimensions nanométriques avec un ordre structurel interne.

↳ FORMATION DE L'ETTRINGITE :



Les 4 principaux constituants anhydres donnent en présence d'eau, naissance à des silicates et aluminates de calcium hydratés pratiquement insolubles dans l'eau.

II-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 portland à 28 jours est de 400 – 500 joules qui se répartissent de la manière suivante, entre les silicates et les aluminates, étudiés séparément.



Constituant	Chaleur dégagée	Comportement des constituants purs
C ₃ S	500 J/gr	- fait prise et durcit rapidement - haute résistance atteinte à court terme
C ₂ S	260 J/gr	- réagit lentement - haute résistance atteinte à long terme
C ₃ A	865 J/gr	- prise de façon très désordonnée et rapide - faible résistance (nécessite du gypse pour régulariser la prise)
C ₄ AF	418 J/gr	- faible résistance

Tableau N° 3: Le comportement et le dégagement de chaleur

des Constituants du clinker

II-3- la prise du ciment :

C'est l'épaississement et la perte de mobilité de la pâte du ciment. Une des plus importantes propriétés techniques du ciment est sa rapidité de prise. La confection des éléments devient difficile (début de prise) ou impossible (fin de prise). Les délais de prise devront être correspondant au temps de confection des éléments. Généralement, le gypse est utilisé en quantité de 3 à 6 %, en qualité de régulateur de prise.

↳ Mécanisme de la prise :

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

- Phase dormante :

Où la pâte pure (ciment et eau) reste en apparence inchangée pendant un certain temps (de quelques minutes à quelques heures suivant la nature du ciment). En fait, dès le malaxage, les premières réactions se produisent, mais sont ralenties grâce aux ajouts de gypse.

- Début de la prise :

Après une ou deux heures pour la plupart des ciments, on observe une augmentation brusque de la viscosité. C'est le début de prise, qui est accompagné d'un dégagement de chaleur.

- Fin de la prise :

La fin de prise correspond au moment où la pâte cesse d'être déformable et se transforme en un matériau rigide. Le temps de début de prise est déterminé à l'instant où l'aiguille de Vicat (S= 1 mm², masse = 300 g) ne s'enfonce plus jusqu'au fond d'une pastille de pâte pure de ciment.

II-4- Influence du gypse sur le ciment :

II-4-1-sur la prise :

Le clinker étant le composant principal du ciment, il présente le caractère du durcissement instantané après hydratation. Et ceci provoque une mauvaise maniabilité du béton. Alors il est nécessaires d'ajouter un retardateur pour régulariser la prise c'est le gypse. A noter qu'un excès de gypse provoque un retardement exagéré de la prise. Alors le béton prend un temps plus que le temps normal pour durcir.

Le gypse intervient lors de l'hydratation par son élément majeur le $\alpha\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ pour former l'ettringite qui va former une barrière sur le C_3A .

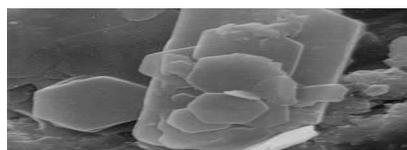
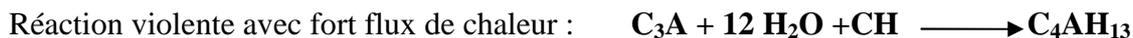
Le temps pour que C_3A se libère de cette membrane est considéré comme le temps de la prise.



Figure 7 : Schéma expliquant l'intervention de l'ettringite dans la prise

Si la réaction d'hydratation de C_3A se déroule sans l'ajout du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) on aura formation des composés qui ont un fort effet négatif sur les propriétés rhéologiques de la pâte.

↳ Réaction d'hydratation Sans gypse:

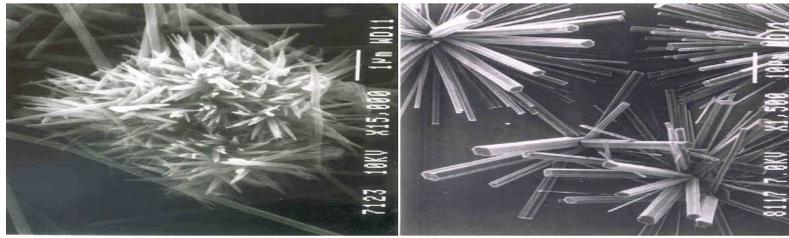


C_4AH_{13} : plaquettes hexagonales

↳ Réaction d'hydratation avec gypse :



- **L'ettringite** : L'ettringite ou sel de Candlot est un trisulfoaluminate de Calcium hydraté de formule. $\text{C}_4\text{A}_3(\text{SO}_3)_6 \text{H}_6$ est de Forme trigonale, Sa structure est formée de colonnes. Qui freine l'hydratation de C_3A .



MORPHOLOGIES ACICULAIRES D'ETTRINGITE (MEB)

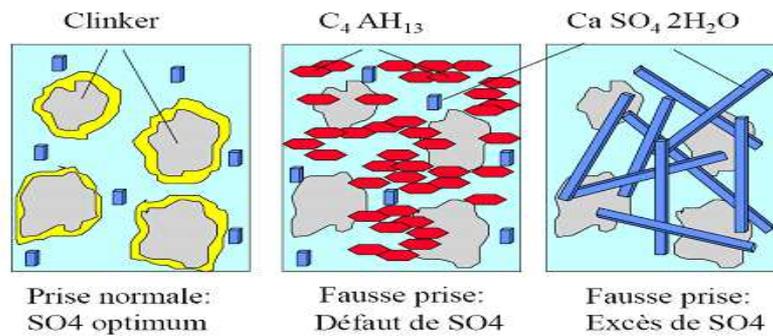


Figure 8 : Schéma explicative qui illustre l'influence du gypse sur la prise du ciment

- **Fausse prise :** un durcissement anormal du béton. Soit il durcit très lentement à cause d'un excès de SO_4 dans le mélange qui provoque la formation de l'ettringite par une grande quantité alors le C_3A prend un temps très long pour se libérer. Soit il durcit très rapidement quand le mélange est pauvre en ion SO_4 , on aura la formation d'un composé (C_4AH_{13}) qui a le caractère du durcissement instantané.
- **Prise normale :** formation de l'ettringite autour du C_3A est optimale. Le temps pour que C_3A se libère de cette membrane est celui désiré pour la mise en place du béton.

II-4-2- Sur la résistance du ciment :

↪ Le Durcissement du ciment :

On a l'habitude de considérer le durcissement comme la période qui suit la prise et pendant laquelle l'hydratation du ciment se poursuit. La résistance mécanique continue à croître très lentement, mais la résistance à 28 jours est la valeur conventionnelle.

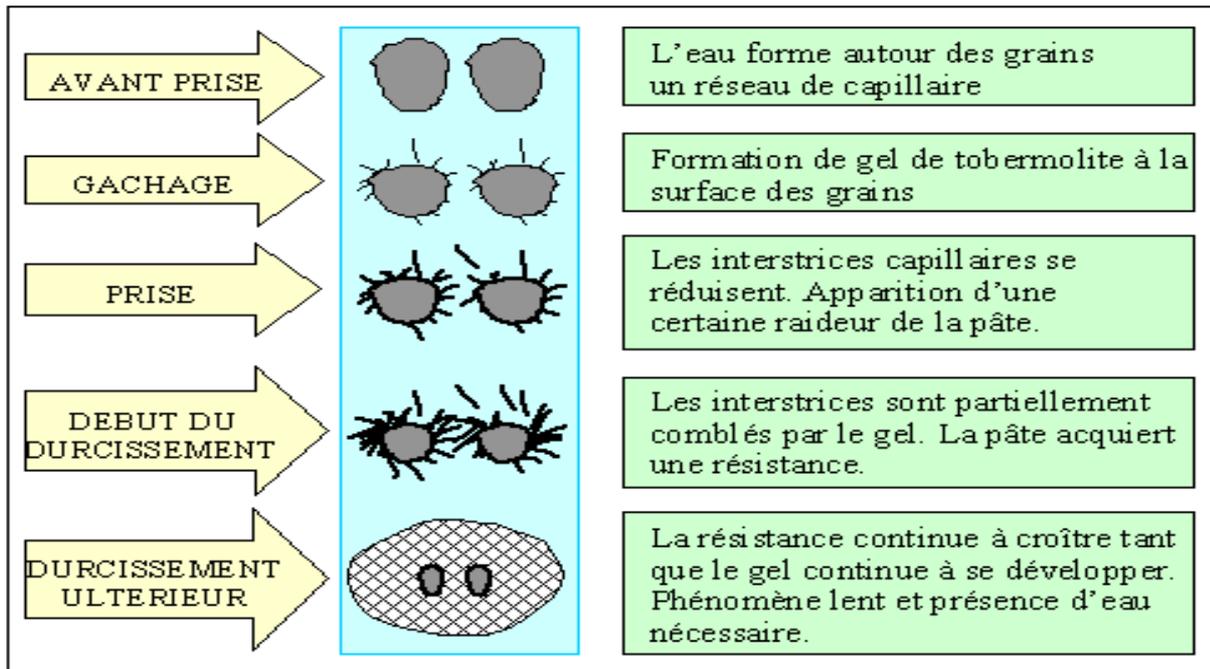


Figure 9 : Schéma expliquant le mécanisme du durcissement

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 (CSH) 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 (CSH) ne peut se former qu'en présence d'eau.

Introduction :

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

I- Présentation du problème:

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

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

- Une partie grossière correspondant à la tranche supérieure à 25 mm.
- Une partie intermédiaire correspondant à la tranche qui se située entre 10et 25mm, et la tranche entre 5et 10mm.
- Et enfin, une partie fine correspondant à la tranche inférieur à 5mm.

L'objet de mon étude, étant le gain de temps et la diminution de la marge d'erreur. Je dois donc chercher la tranche optimal qui représente la totalité du clinker .Ceci m'amène à réaliser les opérations suivant :

- Faire appliquer le test d'ANOVA-1 pour vérifier est ce qu'il ya un facteur taille sur les résultats obtenu.
- Faire l'analyse granulométrie de toutes les tranches pour déduire la proportion de chacune d'entre elles dans le but de chercher quelle tranche est la plus fréquente.
- Etudier la répartition et la présence des éléments pour chaque tranche et leur influence sur ce qu'on déclare. Pour cela j'ai réalisé des analyses par spectrophotométrie pour les grains de chaque tranche.
- Prouver à partir des tests statistiques appliqués sur les résultats obtenus la tranche la plus représentatif par rapport aux autres tranches (test de student).

II- technique d'analyse :



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

On fait passer le clinker, une fois refroidi, dans des tamis de différentes ouvertures qui sont décroissantes du haut vers le bas.

Les tamis mis en jeu ont les ouvertures suivantes : 50mm, 40mm, 31.5mm, 25mm, 20mm, 14mm, 10mm, 5mm, 3.15mm, 1mm et un fond de tamis qui 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, [25-10], [10-5], <5} pour déterminer la proportion de chaque diamètre de grain dans le granulat.



Les tamis



le clinker

↩ **Détermination de la composition chimique :**

Notre travail a été effectué au laboratoire d'analyses chimiques, sur plusieurs échantillons de clinker : Échantillon 1 : < 0.5 mm; échantillon 2 : [5.10 mm] ; échantillon 3 : [10.25 mm] ; échantillon 4 : >25mm. Les échantillons ont été analysés par le spectromètre de fluorescence X, nous avons procédé pour chaque échantillon de la façon suivante :

On le broie dans un surbroyeur pendant 3 minutes pour avoir des granulats plus fins.

On le met dans un sac en plastique après l'avoir bien homogénéisé.

On prend 20g et on le met dans l'assiette de broyage plus deux gouttes de tri-éthanol-amine. On recommence le broyage à nouveau, et on forme une pastille par un pressoir hydraulique.

Les résultats sont traités automatiquement par un ordinateur qui nous affiche le pourcentage en chaque constituant.

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



III-Traitement statistique des résultats d'analyse :

III-1-Méthodes statistiques :

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 nous permet d'éliminer le maximum des erreurs d'expérimentateur ou la variabilité du phénomène étudié.

Durant des différents chapitres de ce travail, on se servira des termes statistiques présentés dans le tableau suivant :

Terme statistique	Formule
-Moyenne	$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$
-Variance	$s_X^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2$
-Ecart type	$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$
-Ecart type moyen	$S_{\bar{x}} = S / \sqrt{N}$

Tableau N°4 : Termes statistiques avec leurs formules

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

Le test de conformité d'une moyenne par rapport à une valeur fixe (valeur de référence définie à l'avance par le laboratoire). Au cours de la validation d'une méthode en vue de vérifier que cette méthode est juste, on doit obtenir un résultat conforme à la valeur de référence d'un matériau de référence de teneur connue.

a- Démarche statistique :

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

On pose : $H_0 : X_m = R$

$H_1 : X_m \neq R$

Alors, il s'agit d'un test bilatéral.

b- Statistique du test :

Sous H_0 , la statistique du test de conformité d'une moyenne est défini par la formule suivante:

$$T_{cal} = \frac{|\bar{x} - \mu_0|}{s / \sqrt{n}}$$



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

Test bilatéral : $H_0 : \bar{X} = \mu_0$ $H_1 : \bar{X} \neq \mu_0$

Règle de décision :

- H_0 est vérifiée si : $T_{cal} \leq t_{critique}$

- H_0 est rejetée si : $T_{cal} > t_{critique}$

On rejette ou on accepte H_0 avec un seuil de signification α , $t=2$ pour $\alpha=0.05$ et $t=3$ pour $\alpha=0.01$,

ii- Analyse de la variance à un seul facteur :

Définitions:

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

ANOVA est l'acronyme de "ANalysis Of VAriance".

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 $H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$ contre

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

L'analyste ayant préalablement choisi un niveau de risque α (typiquement 0,05 ou 0,01):

Si la p-valeur 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.

iii-la normalité :

Définition :

En statistiques, les tests de normalité permettent de vérifier si des données réelles suivent une loi normale ou non. Les tests de normalité sont des cas particuliers des tests d'adéquation (ou tests d'ajustement, tests permettant de comparer des distributions), appliqués à une loi normale.

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.

III-2-Evaluation des résultats d'analyse du clinker :

a- La normalité :



Traité la normalité des résultats obtenus par application de test ryan-joiner similaire au test de shapiro-wilk par le logiciel Minitab : Il convient de s'assurer de la normalité d'un échantillon, avant d'employer un test dit paramétrique, comme le test t-Student et de Fisher.

Les résultats d'analyse par spectromètre de fluorescence X de SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A et de la chaux libre (CaO), des différents échantillons du clinker à la sortie du four sont regroupés dans les tableaux suivant (5, 6, 7, 8, 9). La valeur minimale, maximale ainsi que la moyenne sont également présentés dans le même tableau.

Les graphes, Figures (10, 11, 12, 13,14) traduisent la normalité de ces derniers pour chaque élément, Ce type de graphe est utilisé pour vérifier si un ensemble des valeurs suit une distribution normale. Cette vérification se fait uniquement de façon visuelle donc subjective.

L'hypothèse de distribution normale de cet ensemble des valeurs est acceptable, les points situés sur le graphique sont approximativement situés proche d'une ligne droite.

↪ **Pour SO_3 :**

tr. (mm)	<5	[5-10]	[10-25]	>25
----------	----	--------	---------	-----



Date				
30-janv	1,15	1,27	1,23	1,11
31-janv	1,36	1,38	1,35	1,62
01-févr	1,12	1,27	1,26	1,37
04-févr	1,36	1,01	1,49	1,43
05-févr	1,37	1,21	1,55	2,32
06-févr	1,52	1,23	1,99	1,74
07-févr	1,32	1,07	1,55	1,74
08-févr	1,38	1,26	1,59	1,75
11-févr	1,29	1,23	1,51	1,47
12-févr	1,36	1,28	1,45	2,08
13-févr	1,35	1,31	1,36	1,14
14-févr	1,35	1,43	1,41	1,77
15-févr	1,33	1,32	1,43	1,95
18-févr	1,4	1,28	1,49	1,33
19-févr	1,42	1,46	1,31	1,79
20-févr	1,41	1,44	1,49	1,63
21-févr	1,56	1,46	1,59	1,74
22-févr	1,6	1,32	1,79	2,2
25-févr	1,27	1,24	1,76	1,95
26-févr	1,28	1,43	1,73	1,89
27-févr	1,45	1,31	1,67	1,57
28-févr	1,5	1,36	1,42	2,32
01-mars	1,46	1,43	2,01	2,59
04-mars	1,43	1,14	2,3	2,75
05-mars	1,35	1,33	2,11	2,54
06-mars	1,38	1,21	2,04	2,57
07-mars	1,42	1,27	2,03	2,46
08-mars	1,37	1,18	2,01	2,57
11-mars	1,43	1,22	2,06	2,66
12-mars	1,41	1,24	2,12	2,49
Min	1,12	1,01	1,23	1,11
Max	1,6	1,46	2,3	2,75
Moyenn	1,38	1,2863	1,67	1,9513

Tableau N°5 : Résultats d'analyse du suivi journalier de SO₃ dans le clinker



↳ **Pour C₂S :**

Tableau N°6 :
*d'analyse du
de C₂S dans le*

tr. (mm) Date	<5	[5-10]	[10-25]	>25
30-janv	15,68	16,29	12,2	13,13
31-janv	15,94	17,9	12,32	16,14
01-févr	15,03	16,13	11,91	12,02
04-févr	16,79	19,45	12,7	15,15
05-févr	17,76	17,83	11,3	17,13
06-févr	17,48	19,94	13,14	15,25
07-févr	17,82	17,52	13,46	17,97
08-févr	16,57	16,43	8,05	15,98
11-févr	14,68	17,97	10,48	14,25
12-févr	16,79	16,92	11,33	11,47
13-févr	16,75	16,73	10,34	14,38
14-févr	16,21	16,91	12,2	14,96
15-févr	17,44	18,05	9,88	15,2
18-févr	15,37	18,14	12,03	16,8
19-févr	16,86	17,06	11,49	19,09
20-févr	16,28	17,7	10,64	17,36
21-févr	12,12	16,91	12,4	11,79
22-févr	10,28	16,3	14,53	10,01
25-févr	13,01	18,19	11,15	16,52
26-févr	13,46	17,61	10,03	16,42
27-févr	13,67	16,64	10,2	14,09
28-févr	13,4	17,6	11,84	14,58
01-mars	17,25	18,16	10,11	16,49
04-mars	17,04	17,46	8,43	17,05
05-mars	17,36	16,13	11,24	16,24
06-mars	17,8	17,35	10,04	16,37
07-mars	17,05	17,99	12,01	16,55
08-mars	17,58	17,54	11,98	16,54
11-mars	17,7	17,23	9,45	16,42
12-mars	17,78	18,14	10,45	16,45
Min	10,28	16,13	8,05	10,01
Max	17,82	19,94	14,53	19,09
Moyen	15,965	17,474	11,2443	15,3933

*Résultats
suivi journalier
clinker*



↪ Pour C₃S :

tr. (mm) Date	<5	[5-10]	[10-25]	>25
30-janv	65,65	62,57	66,88	67,24
31-janv	65,74	62,75	65,96	63,05
01-févr	67,52	61,31	67,81	67,29
04-févr	60,38	61,65	59,24	61,99
05-févr	59,79	61,33	60,82	65,86
06-févr	60,62	61,22	63,59	63,32
07-févr	63,65	61,77	61,38	61,02
08-févr	62,18	62,15	62,73	62,9
11-févr	66,01	62,44	65,48	65,4
12-févr	62,9	61,42	62,39	66,73
13-févr	62,9	61,8	62,93	65,3
14-févr	62,8	62,02	63,22	64,05
15-févr	70,13	61,11	61,05	62,74
18-févr	63,31	62,88	60,46	63,59
19-févr	69,36	61,66	62,14	70,05
20-févr	61,98	62,02	60,98	69,44
21-févr	66,4	62,39	68,21	66,46
22-févr	70,11	64,93	69,32	67,64
25-févr	66,08	63,62	64,16	63,26
26-févr	65,36	63,08	63,32	64,2
27-févr	63,53	65,37	65,71	64,91
28-févr	66,97	62,4	62,13	62,34
01-mars	63,8	61,75	66,44	62,61
04-mars	63,64	61,54	62,28	66,39
05-mars	63,75	61,64	67,84	62,87
06-mars	63,7	61,71	60,23	63,99
07-mars	63,64	61,46	61,7	62,35
08-mars	63,71	61,61	61,87	62,89
11-mars	63,81	61,37	60,99	64,41
12-mars	64,02	61,59	63,01	62,46
Min	59,79	61,11	59,24	61,02
Max	70,13	65,37	69,32	70,05
Moyen	64,448	62,152	63,4757	64,5583



Tableau N°7 : Résultats d'analyse du suivi journalier de C_3S dans le clinker

↳ Pour C_3A :

tr. (mm)				
date	<5	[5-10]	[10-25]	>25
30-janv	9,95	8,4	9,34	9,35
31-janv	10,08	9,45	9,55	9,42
01-févr	9,98	8,26	9,14	9,25
04-févr	10,05	9,73	9,86	10,06
05-févr	9,46	8,99	10,06	9,98
06-févr	10,06	8,45	9,74	9,93
07-févr	10,27	8,76	9,63	9,79
08-févr	9,23	9,78	9,64	9,86
11-févr	9,27	9,25	9,16	10,72
12-févr	10,21	9,83	9,73	9,59
13-févr	10,19	8,83	9,56	9,47
14-févr	10,22	9,7	9,72	9,95
15-févr	10,3	9,92	9,9	9,8
18-févr	10,34	8,93	9,82	9,9
19-févr	10,26	9,08	10,18	10,14
20-févr	10,19	8,05	9,96	10,01
21-févr	9,78	9,02	9,34	9,18
22-févr	9,67	8,49	8,77	9,49
25-févr	10,41	9,35	9,37	9,52
26-févr	9,56	9,33	10,29	8,36
27-févr	9,58	9,36	9,21	9,66
28-févr	10,66	8,6	9,6	9,87
01-mars	10,14	9,85	10	10,02
04-mars	10,44	9,57	10,01	9,99
05-mars	10,38	9,56	10	10,05
06-mars	10,24	9,75	9,98	10,01
07-mars	10,58	9,95	9,36	10,03
08-mars	10,35	9,84	9,99	10,02
11-mars	10,02	9,79	9,45	10
12-mars	10,23	9,04	9,84	10,01
Min	9,23	8,05	8,77	8,36
Max	10,66	9,95	10,29	10,72
Moyen	10,07	9,2303	9,6733	9,781



Tableau N° 8 : Résultats d'analyse du suivi journalier de C_3A dans le clinker

↳ Pour CaO(L) :

tr. (mm)				
Date	<5	[5-10]	[10-25]	>25
30-janv	2,04	1,33	1,69	1,48
31-janv	2,51	2,37	2,49	2,5
01-févr	2,17	1,84	2,02	2,92
04-févr	2,5	2,06	2,07	2,07
05-févr	2,39	2,09	2,44	1,95
06-févr	2,43	2,28	2,39	2,62
07-févr	2,07	2,01	1,9	1,89
08-févr	1,99	1,03	2,26	1,93
11-févr	2,14	1,98	2,51	2,01
12-févr	1,75	1,86	1,91	2,88
13-févr	1,75	1,93	1,83	1,76
14-févr	1,73	1,8	1,98	1,98
15-févr	1,87	1,81	1,87	1,97
18-févr	2,13	1,58	1,87	1,88
19-févr	2,05	1,24	2,12	1,96
20-févr	2,41	1,87	2,31	2,82
21-févr	1,8	1,56	2,15	2,63
22-févr	2,23	1,81	3,21	2,71
25-févr	1,92	1,7	2,45	2,17
26-févr	1,86	1,67	2,1	1,97
27-févr	1,84	1,72	1,81	2,75
28-févr	1,79	1,89	2,1	2,03
01-mars	2,54	2,05	2,38	2,06
04-mars	2,54	2,07	2,64	2,98
05-mars	2,45	1,57	2,33	2,06
06-mars	2,53	2,04	2,45	2,08
07-mars	2,52	2,06	2,56	2,07
08-mars	2,49	1,86	2,59	2,01
11-mars	2,38	1,18	2,58	2,87
12-mars	2,54	2,04	2,44	2,05
Min	1,73	1,03	1,69	1,48
Max	2,54	2,37	3,21	2,98

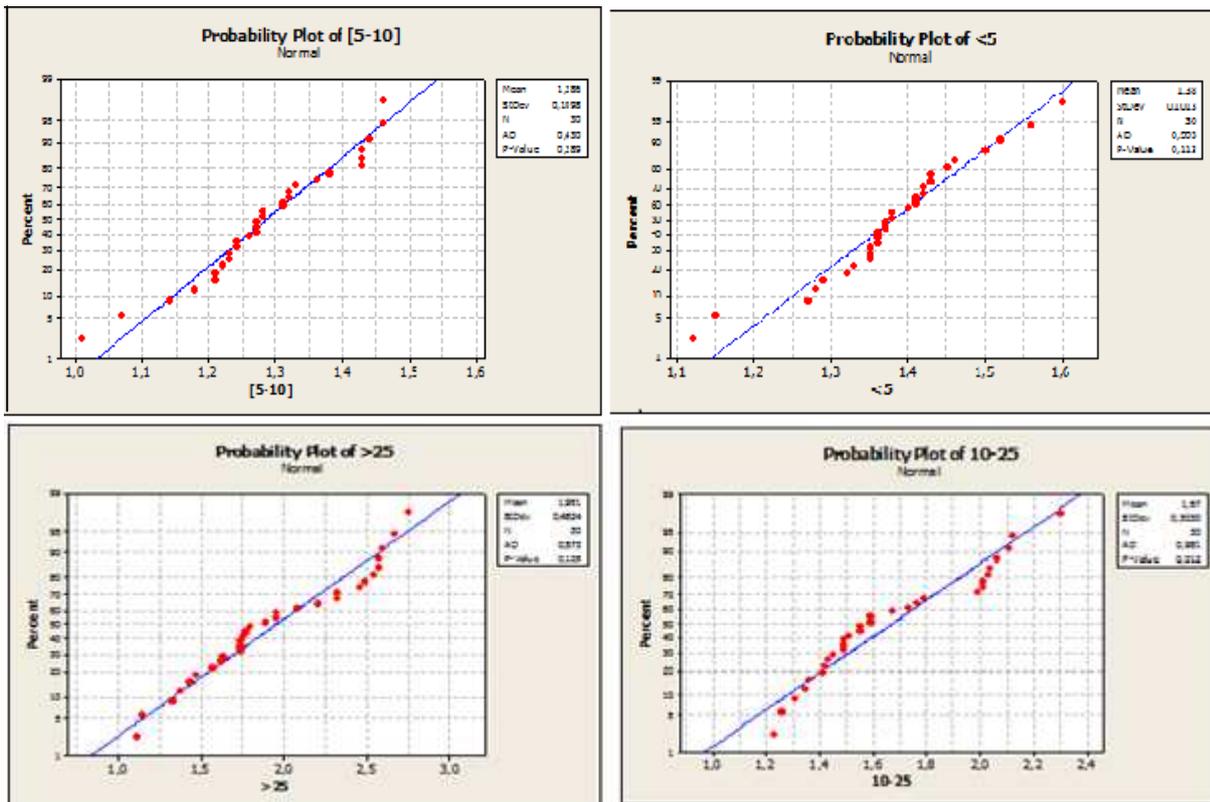


Moyen	2,1787	1,81	2,2483	2,2353
-------	--------	------	--------	--------

Tableau N°9 : Résultats d'analyse du suivi journalier de CaO(L) dans le clinker

En utilisant les résultats des tableaux (5, 6, 7,8 ,9) pour appliquer le test de normalité ryan-joiner afin de vérifier est ce que les résultats obtenus suivent la loi normale ou pas, la réponse est vérifié par les graphes suivant :

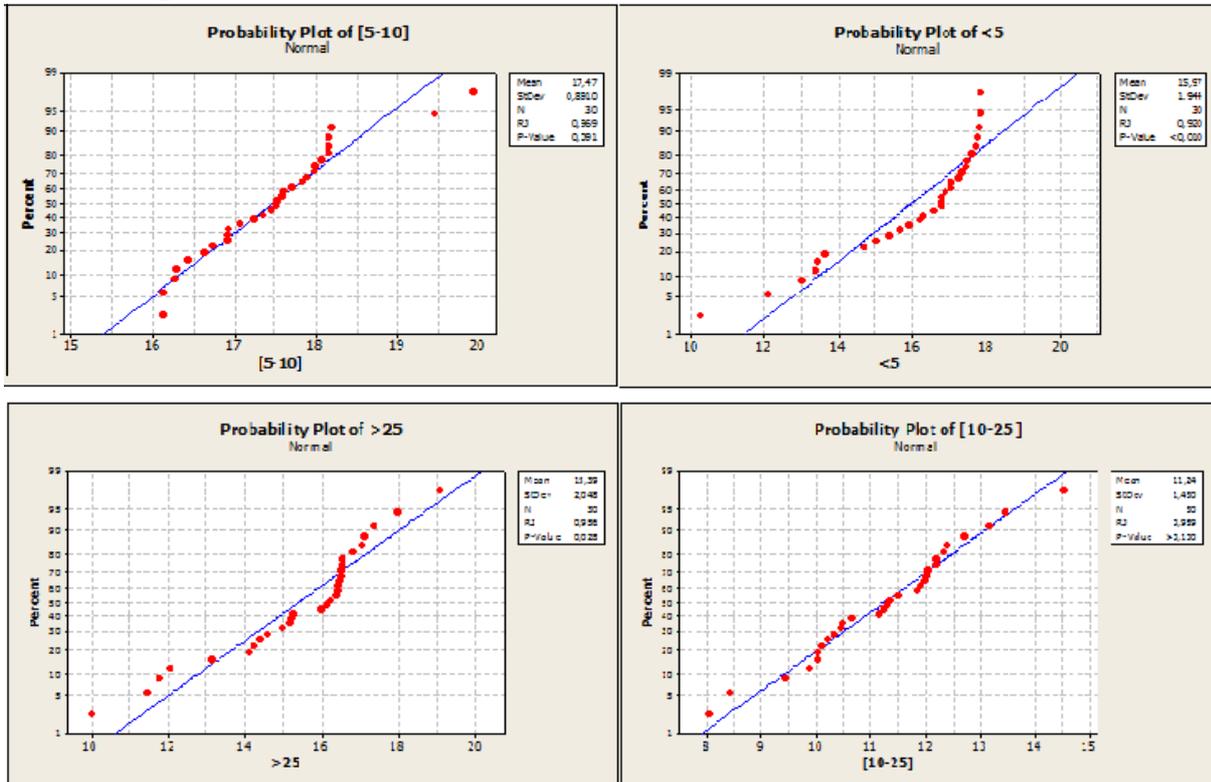
↳ **Pour SO₃:**



Figures 10 : Représentation graphique de la normalité des résultats de SO₃ pour les différentes échantillons du clinker :>25, [25-10], [10-5], <5

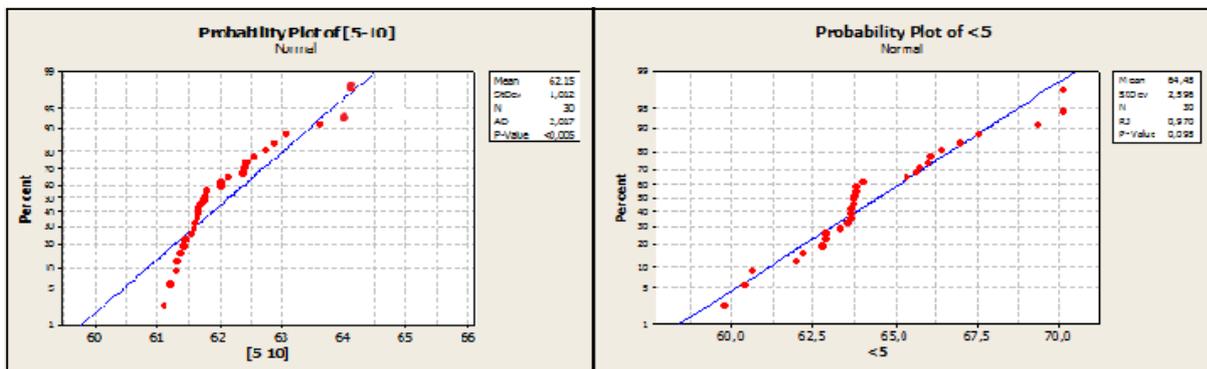


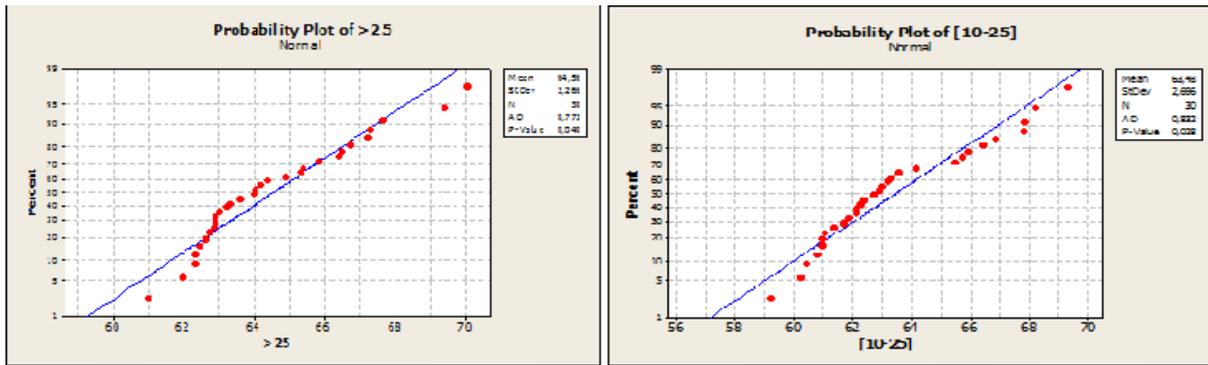
↳ **Pour C₂S :**



Figures 11 : Représentation graphique de la normalité des résultats de C₂S pour les différents échantillons du clinker : >25, [25-10], [10-5], <5

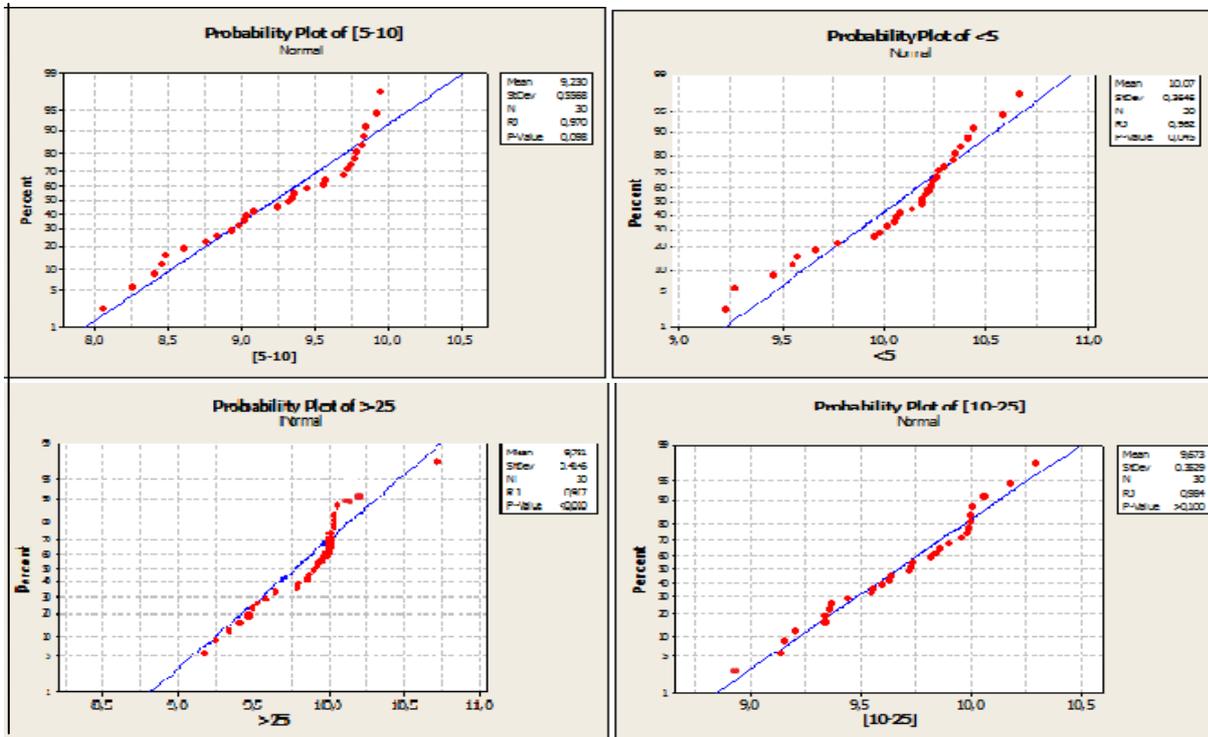
↳ **Pour C₃S :**





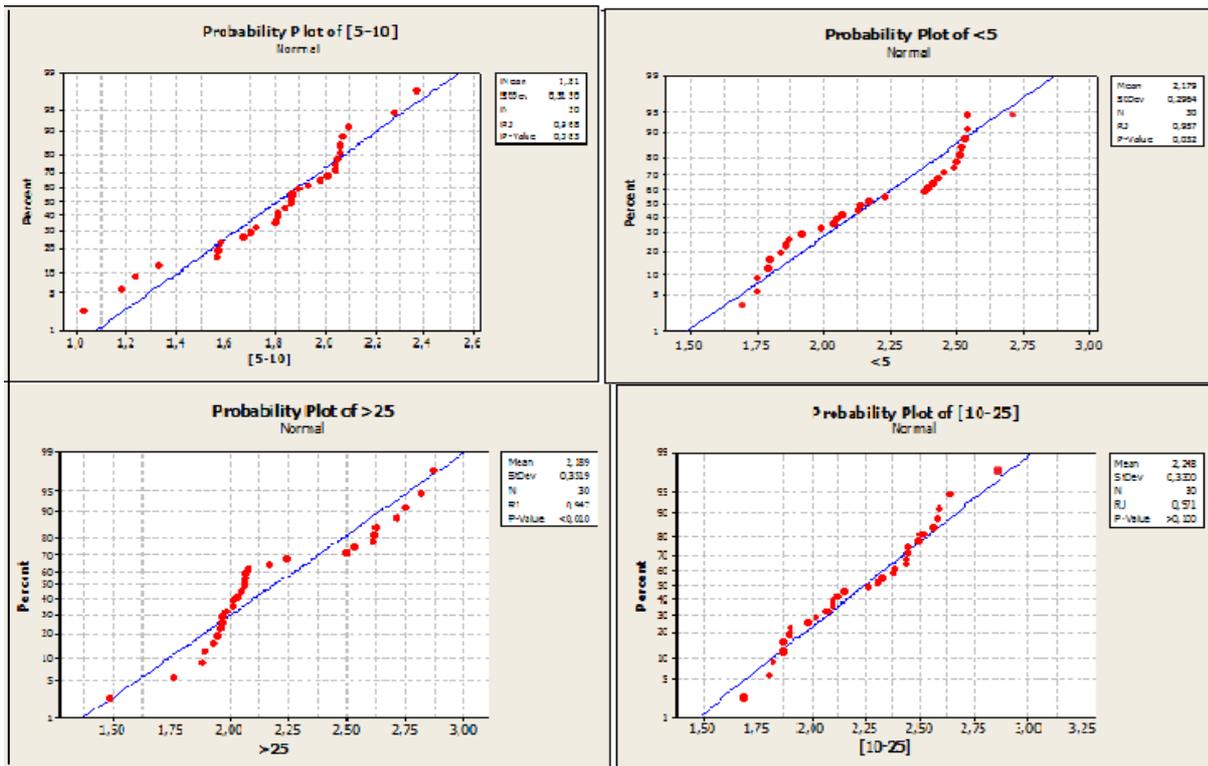
Figures 12 : Représentation graphique de la normalité des résultats de C_3S pour les différentes échantillons du clinker : >25, [25-10], [10-5], <5

↳ Pour C_3A :



Figures 13 : Représentation graphique de la normalité des résultats de C_3S pour les différentes échantillons du clinker : >25, [25-10], [10-5], <5

↳ Pour $CaO(L)$:



Figures 14 : Représentation graphique de la normalité des résultats de CaO(L) pour les différentes échantillons du clinker : >25, [25-10], [10-5], <5

Par exemple la teneur en SO_3 de la tranche >25 varie de 1.11 à 2.75 avec une moyenne de 1.9513. La teneur en SO_3 pour la tranche [10-25] varie de 1.23 à 2.3 d'une moyenne 1.67 etc. De même pour les résultats de C_3S , C_2S , C_3A , et CaO(L) dans les tableaux (6.7.8.9), on constate qu'il ya des variations des teneurs journalière pour toutes les tranches {>25, [10-25], [5-10], <5}.

Ceci m'amène à vérifier la normalité des résultats obtenus pour chaque tranche avant d'appliquer les tests statistiques visés (test de student, et fisher) et qui représente une condition d'application d'un test paramétrique.

D'après les graphes de test ryan-joiner pour les échantillons {>25, [25-10], [10-5], <5} de SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A , CaO(L), on constate que les valeurs sont distribué autours de la droite de façon plus proche de ce dernier. On peut donc conclure que toutes les valeurs des résultats obtenus des échantillons du clinker suivent la loi normale.

b- Evaluation de l'Influence facteur taille :

Elle a pour but de déduire est ce qu'il ya déjà un facteur taille avant de chercher quelle est la tranche optimal. Pour rapprocher les résultats d'analyse du suivi journalier avec ceux souhaités, on utilise un test statistique l'ANOVA 1 pour chaque élément que j'ai déjà cité :

↳ Pour SO_3 :



RAPPORT DÉTAILLÉ :

Groupes	>25	[10-25]	[5-10]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30
Somme	58,54	50,1	38,59	41,4
Moyenne	1,951333333	1,67	1,286333333	1,38
Variance	0,232701609	0,09177931	0,01205161	0,010255172

Tableau N°10 : résultat estimé du SO₃ dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité
Entre Groupes	8,159015833	3	2,719671944	31,36987771	6,3639E-15
A l'intérieur des groupes	10,05684333	116	0,086696925		
Total	18,21585917	119			

Tableau N°11 : de l'analyse de la variance pour SO₃

↪ Pour C₂S :

RAPPORT DÉTAILLÉ :

Groupes	>25	[10-25]	[5-10]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30
Somme	461,8	337,33	524,22	478,95
Moyenne	15,39333333	11,24433333	17,474	15,965
Variance	4,19625747	2,04361161	0,79385241	3,77812241

Tableau N° 12 : résultat estimé du C₂S dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité
Entre Groupes	639,3052433	3	213,1017478	78,8401126	7,1446E-28
A l'intérieur des groupes	313,5434733	116	2,702960977		
Total	952,8487167	119			

Tableau N° 13 : de l'analyse de la variance pour C₂S

↪ Pour C₃S :

RAPPORT DÉTAILLÉ :



Groupes	>25	[10-25]	[5-10]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30
Somme	1936,75	1904,27	1864,56	1933,44
Moyenne	64,5583333	63,4756667	62,152	64,448
Variance	5,13344195	7,2704392	1,02481655	6,73974069

Tableau N°14 : résultat estimé du C_3S dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité
Entre Groupes	112,0794167	3	37,35980556	7,40955841	0,0001387
A l'intérieur des groupes	584,8847133	116	5,042109598		
Total	696,96413	119			

Tableau N°15 : de l'analyse de la variance pour C_3S

↪ Pour C_3A :

RAPPORT DÉTAILLÉ :

Groupes	>25	[10-25]	[5-10]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30
Somme	293,43	290,2	276,91	302,1
Moyenne	9,781	9,67333333	9,23033333	10,07
Variance	0,17187138	0,12456782	0,30997575	0,13293103

Tableau N°16 : résultat estimé du C_3A dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité
Entre Groupes	10,92735333	3	3,642451111	19,7063417	2,155E-10
A l'intérieur des groupes	21,44103333	116	0,184836494		
Total	32,36838667	119			

Tableau N°17 : de l'analyse de la variance pour C_3A

↪ Pour $CaO(L)$:



RAPPORT DÉTAILLÉ :

Groupes	>25	[10-25]	[5-10]	<5
Nombre d'échantillons	30	30	30	30
Somme	67,06	67,45	54,3	65,36
Moyenne	2,23533333	2,24833333	1,81	2,17866667
Variance	0,16788092	0,10892471	0,09798621	0,08788092

Tableau N°18 : résultat estimé du CaO(L) dans le clinker

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité
Entre Groupes	3,878949167	3	1,292983056	11,1783807	1,6905E-06
A l'intérieur des groupes	13,41751	116	0,11566819		
Total	17,29645917	119			

Tableau N°19 : de l'analyse de la variance pour CaO(L)

D'après l'application du test sur tous les éléments traités on obtient les résultats présentés dans le tableau 20:

Espèces	SO ₃	C ₂ S	C ₃ S	C ₃ A	CaO(L)
probabilité trouvé par l'ANOVA1	6,3639E-15	7,1446E-28	0,0001387	2,155E-10	1,6905E-06
La valeur critique de α	0,05				

Tableau N°20 : Résultats estimés de la probabilité pour toutes les espèces présentes dans le clinker à la sortie du four

Interprétation :

Pour un risque de 5%, la valeur de la probabilité trouvée pour chaque ANOVA-1 obtenus Pour SO₃, C₃S, C₂S, C₃A, CaO(L) est inférieur à 0.05. L'hypothèse d'égalité des moyennes « H0 » sera rejetée et on accepte l'hypothèse alternative « H1 » que les moyens des tranches sont significativement différentes. On conclut donc qu'il ya un facteur tailles qui influe sur les résultats journaliers du clinker.

Après la conclusion de l'ANOVA-1 trouvé, on va chercher quel est la plus représentatif.

c- **Etude des pourcentages granulométriques de chaque tranche :**



Après une série d'analyse effectuée sur les différentes tranches du clinker, nous avons obtenu les résultats concernant les pourcentages de chaque tranche. Le tableau suivant regroupe les résultats obtenu durant la période allant du 30 janvier au 12 mars 2013.



tr. (mm) Date	<5	[5-10]	[10-25]	>25
30-janv	16,67%	39,56%	33,42%	10,32%
31-janv	9,46%	53,16%	26,19%	11,17%
1 février	28,95%	43,09%	23,55%	4,38%
4 février	3,98%	53,39%	34,10%	8,52%
5 février	31,60%	52,75%	15,64%	0,00%
6 février	18,40%	56,00%	23,00%	2,60%
7 février	16,61%	43,43%	19,60%	20,34%
8 février	23,63%	54,70%	19,44%	2,21%
11 février	19,79%	42,40%	28,51%	9,28%
12 février	38,29%	41,00%	16,11%	4,57%
13 février	14,81%	59,36%	17,51%	8,29%
14 février	9,33%	47,19%	35,20%	8,26%
15 février	8,80%	49,28%	33,14%	8,77%
18 février	19,46%	59,06%	19,50%	7,79%
19 février	11,16%	53,40%	26,55%	8,87%
20 février	9,74%	45,56%	34,07%	10,61%
21 février	7,54%	46,55%	36,08%	9,09%
22 février	18,68%	45,00%	26,78%	8,62%
25 février	27,71%	50,05%	18,33%	3,87%
26 février	18,68%	45,00%	26,78%	8,62%
27 février	11,00%	53,00%	30,75%	5,28%
28 février	16,93%	49,29%	30,60%	3,16%
01-mars	37,64%	44,00%	18,35%	0,00%
04-mars	29,39%	45,38%	21,30%	3,91%
05-mars	21,39%	41,55%	27,94%	9,10%
06-mars	3,94%	58,56%	31,18%	6,31%
07-mars	1,93%	46,89%	41,30%	9,86%
08-mars	45,56%	45,56%	34,07%	34,07%
11-mars	13,80%	58,59%	18,50%	9,10%
12-mars	52,75%	52,75%	15,64%	15,64%
Moyenne	19,59%	49,18%	26,10%	8,42%

Tableau N°21 : pourcentage granulométriques du clinker.

Les résultats de tableau 21 sont représenté graphiquement figures (15) afin de faciliter l'analyse et l'interprétation des données. On obtient un graphe qui représente la variation du pourcentage granulométrique des différentes tranches du clinker.

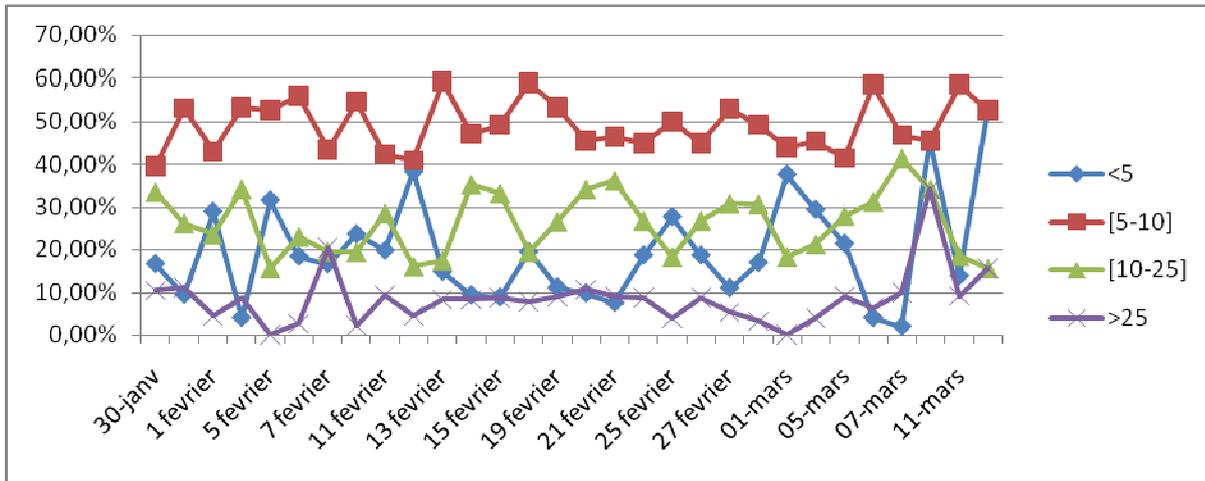


Figure15: variation du pourcentage granulométrique des différentes tranches du clinker

Interprétation :

D'après la courbe basée sur les résultats journaliers, il s'avère que la tranche [5-10] est la partie dominante. Le plus gros pourcentage de moyen **49,18%**. De ce fait, la première condition pour effectuer une analyse sur un échantillon de taille [5-10] est validée.

d- Evaluation et comparaison des résultats d'analyse du clinker a 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 (C₃A), l'alite-Silicate tricalcique (C₃S), Silicate bi-calcique (C₂S), la chaux libre CaO(L), et de sulfate SO₃) des différents échantillons du clinker sont déjà cité dans les tableaux (5, 6, 7, 8, 9).

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 la référence utilisée par le laboratoire considérée comme une valeur visée. Les résultats du test sont regroupés dans le tableau 22 suivant :



	Conformité du moyen à la référence	Moyen	Variance	observations	Degré de liberté	Référence	Statistique t	Valeur critique de t (bilatéral)
SO₃	var1	1,9513	0,2327	30	29	1,25	7,96	2,0452
	var2	1,6700	0,09178	30			7,59	
	var3	1,2863	0,01205	30			1,81	
	var4	1,3800	0,01026	30			7,03	
C₂S	var1	15,3933	4,19626	30	29	17,75	6,30	2,0452
	var2	11,2443	2,04361	30			24,93	
	var3	17,474	0,79385	30			1,70	
	var4	15,965	3,77812	30			5,03	
C₃S	var1	64,5583	5,13344	30	29	62,35	5,34	2,0452
	var2	63,4757	7,27044	30			2,29	
	var3	62,152	1,02482	30			1,07	
	var4	64,448	6,73974	30			4,43	
C₃A	var1	9,781	0,17187	30	29	9,16	8,20	2,0452
	var2	9,67333	0,12457	30			7,97	
	var3	9,23033	0,30998	30			0,69	
	var4	10,07	0,13293	30			13,67	
CaO(L)	var1	2,2353	0,16788	30	29	1,7	7,16	2,0452
	var2	2,2483	0,10892	30			9,10	
	var3	1,8100	0,09799	30	29	1.7	1,92	2,0452
	var4	2,1787	0,08788	30			8,84	

Tab

ats de comparaison de la moyenne de chaque élément du clinker et celle de référence visé.

Var1 : la tranche >25

Var2 : la tranche [10-25]

Var3 : la tranche [5-10]

Var4 : la tranche <5



Interprétations :

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

Pour tous les éléments SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A , $CaO(L)$ on constate que la tranche [5-10]=Var3 présente à un $|T_{obs}| < t_{critique}$ donc on accepte $H_0 \Rightarrow$ La moyenne et la référence ne sont pas significativement différentes.

Et pour les tranches ($>25=Va$, $[10-25]=Var2$, $<5=Var3$) on constate que : $|T_{obs}| > t_{critique}$ donc on rejette l'hypothèse H_0 : l'égalité entre les moyennes et la valeur critique $t = 2,0452$ et on accepte l'hypothèse alternative H_1 : les moyennes et les valeurs visées sont significativement différentes et le test est significative.

Le test de Student (comparaison d'une moyenne à la référence fixe et connu) a montré que pour tous les éléments SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A , $CaO(L)$ de l'échantillon [5-10] du clinker, la moyenne et la référence utilisées par le laboratoire ne sont pas significativement différentes. Par contre pour tous les éléments SO_3 , C_3S , C_2S , C_3A , $CaO(L)$ de l'échantillon $\{>25, [10-25], <5\}$, la moyenne et la référence utilisées par le laboratoire sont significativement différentes, cela confirme les résultats trouvés précédemment de pourcentage granulométrique, On a montré que la tranche [5-10] est la plus dominante des quatre tranche, donc une étude de l'écart à la moyenne va nous aider effectivement pour prendre la bonne décision en termes de choix de l'échantillon le plus représentative du clinker correspondant à la tranche [5-10].

Conclusion

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 l'état pur.



Après une présentation de la société HOLCIM Maroc, nous avons développé une partie théorique sur le ciment et son procédé de fabrication suivie par le travail expérimental que nous avons réalisé.

Après une vérification de facteur taille sur les résultats journaliers du clinker, nous avons réalisé une étude granulométrique des différentes tranches et de plusieurs éléments. D'après la courbe basée sur les résultats journaliers, il s'avère que la tranche [5-10] est la partie dominante (le plus gros pourcentage). Ce résultat était convenable à l'hypothèse choisie par le laboratoire.

Suite à l'analyse effectuée par spectrophotométrie des éléments (C_3S , C_2S , C_3A , SO_3 , $CaO(L)$), nous concluons que la composition de ces éléments varie d'une tranche à une autre.

Pour pouvoir tirer une conclusion des ces différentes analyses (granulométriques et spectrophotométriques), j'ai effectué un traitement statistiques et j'ai conclu qu'il ya toujours une conformité entre la moyenne des résultats obtenu pour la ranche [5-10] et celle de la référence utilisé par le laboratoire selon les normes marocain. Par contre, il y'a toujours une non conformité avec les autres échantillons du clinker.

On conclut donc que l'échantillon le plus représentatif par apport aux autres et qu'on peut utiliser pour les analyses journalier du clinker est celui de taille [5-10].

Références Bibliographiques

- 1) **A.MAROIHI et A. AYADI** : Généralités sur la chimie du ciment. Holcim Fès. Rapport inédit.
- 2) **A. AYADI** : Chimie du clinker et ciment. Rapport inédit.
- 3) **Professeur Camille Defossé (2004)** : CHIMIE DU CIMENT VALORISATION DES DECHETS EN CIMENTERIE (Université Libre de Bruxelles Faculté des Sciences Appliquées Laboratoire de Chimie industrielle).
- 4) **Mr. Mohammed ELHAM (2012)** : étude de la cuisson du clinker (Projet de fin d'études- Spécialité : Génie des Procédés, de l'Energie et de l'Environnement à l'ENSA de agadir).
- 5) **Four de cimenterie, atelier de cuisson de clinker** : Techniques de l'Ingénieur BE 8 844.



6) **Holcim.ma** : Le site officiel de Holcim Maroc : www.holcim.ma.

Annexes

-Principe de la spectrométrie de fluorescence 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.

La technique d'analyse comprend deux parties :

- Une **source d'excitation** : provoque l'émission d'un spectre de rayons X caractéristique de la composition de l'objet. La source usuelle des rayons X est le tube **Coolidge**.

C'est un tube à vide comportant deux électrodes :

- Une cathode émettrice d'électrons.

- Une anode, ou anticathode, qui est une masse métallique portée à un potentiel positif de l'ordre de 10 à 30 kilovolts dans les tubes ordinaires.

- Un **détecteur** et un **analyseur de rayonnement** : identifient les raies composant le spectre.

Le rayonnement X primaire bombarde l'échantillon et arrache les électrons de la couche profonde des atomes de l'échantillon.

