UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES
Département de chimie

Licence Es-Sciences et Techniques (LST)

TECHNIQUES D'ANALYSE ET CONTROLE DE QUALITE (TACQ)

PROJET DE FIN D'ETUDES

Optimisation de pourcentage de SO_3en fonction de la résistance

Présenté par :

- **Boussiari Sofia**

Encadré par :

- **Mr Baby Jaafer (LAFARGE)**
- **Pr Alilou El-Houssine (FST)**

Soutenu Le 15 Juin 2015 devant le jury composé de:

- **Pr. Chakroune Said**
- **Pr. Kandri Rodi Youssef**
- **Pr. Alilou El-Houssine**

Stage effectué à LAFARGE-Meknès

Année Universitaire 2014 / 2015

Sommaire

Remerciement

Introduction

Chapitre1 : présentation de la société Lafarge

I .LAFARGE MAROC :

II .Présentation de Lafarge-Meknès

II.1 Historique
II.2 Implantation de LAFARGE-Meknès

III .Présentation de service de LAFARGE

III. 1 Service de carrière
III. 2 Service de fabrication
III .3 Service commercial
III.4 Service stockage
III .5 Service contrôle de qualité
III. 6 Service de procédés
III. 7 Direction financière
III .8 Direction administrative
III. 9 Service de sécurité

Chapitre2 : Procédés de fabrication de ciment

I .Composition de ciment
II .Procédés de fabrication de ciment
II.1 : l'extraction des matières premières.
II.2 : Concassage
II.3 : Pré homogénéisation.
II.4 : Préparation du Cru
II.5 : Le broyage
II.6 : L'homogénéisation.
II.7 : Préparation du combustible.
II.8 : La cuisson.
II.8.1 Déshydratation
II.8.2 Décarbonatation
II.8.3 Clinkérisation
II.8.4 Refroidissement.
II.9 : le broyage du ciment et l'expédition.
II.11 : Stockage du ciment et Ensachage

Chapitre3 : Réalisation du projet

I .Présentation du sujet
II .Déroulement des expériences
II.1 Processus expérimental
II.2 Les résultats obtenus
II.3 Interprétation des résultats
Conclusion

Remerciements

Avant tous remerciements, louange à Dieu.

Au terme de ce simple travail, j'adresse mes vifs remerciements à :

- Monsieur le directeur de Lafarge ciments.
- Monsieur Jaafar BABY, Le responsable qualité.
- Je présente mes profondes gratitudes, tout particulièrement, à mes professeurs et à Mr. ALILOU, pour avoir déployé des efforts louables dans le but de faciliter la réussite de ma promotion et toutes les autres promotions précédentes.
- Enfin, que soient remerciés tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin à l'élaboration de ce modeste travail.

Introduction

Au MAROC, le secteur du ciment connait une croissance exceptionnelle. Avec une capacité de production de 10 millions de tonnes par an, dont 10% destiné à l'étranger, le royaume dispose de dix usines de ciment appartenant à quatre sociétés. Le marché du ciment au MAROC emploie directement 3700 personnes et indirectement plus de 15.000 autres. En ce moment, les investissements annuels dans le secteur atteignent 550 millions DH, dont 50 millions DH, réservés directement à la protection de l'environnement.

Lafarge, c'est l'entreprise leader des matériaux de construction, afin d'être la plus performante, le groupe LAFARGE Maroc en général et l'usine de Meknès en particulier s'engage pour assurer la sécurité des personnes, le respect de l'environnement et surtout la production des produits de bonnes qualité.

En termes de maîtrise technique de la qualité des produits de ciment, le service contrôle qualité de Meknès réalise des contrôles depuis la réception des matières premières jusqu'aux expéditions du produit fini conforment aux normes en vigueur et aux besoins de la clientèle.

L'objectif de mon thème est optimisation de pourcentage de SO_3 en fonction de la résistance.

Ce présent travail permettra, à travers sa première partie, d'effectuer une présentation de l'organisme d'accueil, Le processus de fabrication du ciment, et La qualité à LAFARGE Ciments usine de Meknès en ce qui concerne la seconde partie sera consacrée pour l'étude de thème

Première partie

Présentation de la société LAFARGE

LAFARGE CIMENTS

USINE DE MEKNES

I-Aperçu général sur le secteur cimentier au Maroc :

I-1-Historique

L'industrie des matériaux de construction, dont le ciment constitue la matière de base, détient une place importante dans le secteur des industries de transformation.

C'est à partir de 1912 que le ciment commençât à être utilisé au Maroc, d'abord pour certaines réparations, puis pour les constructions principalement à Casablanca.

Ainsi, il fut décidé en 1913, l'implantation de la première cimenterie à Casablanca avec une capacité de production annuelle de 10 000 tonnes. L'accroissement des besoins nationaux en ciment a engendré l'extension de l'usine de Casablanca et la création de nouvelles unités.

De nos jours, le Maroc produit environ 24 millions tonnes / an, assurant ainsi son autosuffisance depuis 1982.

II-LAFARGE MAROC :

LAFARGE Maroc est constituée en 1995 par LAFARGE internationale à hauteur de 50% et par la SNI (Société Nationale d'Investissement) à hauteur de 50%. Ce qui a permis de créer un pôle fédérateur d'un groupe comportant 4 cimenteries qui sont : CINOUCA (Casablanca), CADEM (Meknès), CEMENTOS (Tanger), CEMENOS MARROQUIES (Tétouan), une usine de plâtre à Safi et 9 centrales à Béton (BPE)

L'augmentation de la production annuelle du groupe, entre 1995 et 1998, a fait de LAFARGE le leader dans le secteur cimentier au Maroc avec 42% du part du marché.

Depuis le second semestre 1999, l'ONA a pris le contrôle de la SNI, du coup, la direction opérationnelle est assurée par le directeur général proposé par LAFARGE, tandis que le président du conseil d'administration est proposé par l'ONA. Par conséquent, le groupe a une structure financière importante avec une augmentation du capital qui s'élève à 1.5 milliards de Dirhams.

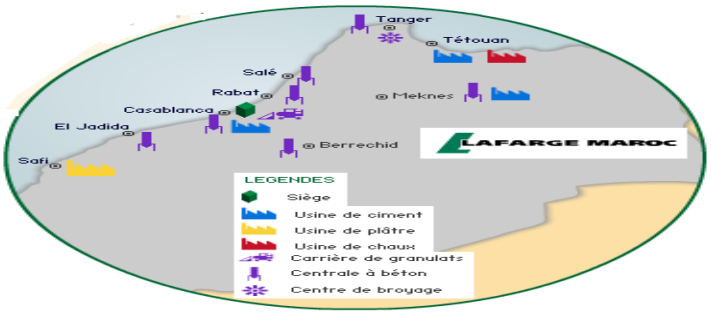


Figure 1 : Géographique des cimenteries LAFARGE au niveau national

LAFARGE Maroc est constitué de plusieurs usines : Bouskoura, Meknès, Tanger, Tétouan (deux sites) et Safi. Il englobe le secteur avec *41.5%* de part de marché. A travers ces deux usines de Bouskoura et de Meknès, LAFARGE- Maroc produit près du tiers de la capacité de production totale du secteur.

III -Présentation de LAFARGE usine de Meknès :

III.1 Historique :

Crée en 1950, la LAFARGE

L'usine a démarré en 1953 avec une seule ligne de production à voie humide d'une capacité de 400 tonnes par jour, depuis, les sociétés des ciments artificiels de Meknès représente de nos jours l'une des composantes clés du secteur marocain. Depuis 1997, la CADEM (Ciments Artificiels de Meknès) est devenue LAFARGE CIMENTS et faisait partie du groupe international événements suivants se sont succédés :

III.2 Implantation de Lafarge de Meknès :

- **1971** : Extension des capacités avec l'installation d'un nouveau four de 650 t/j et augmentation de la capacité broyage ciment à 650.000 t.
- 1985 : conversion du procédé voie humide en voie sèche, tout en augmentant la capacité de production qui atteint 1500 tonnes par jour.
- 1989 : installation d'un broyeur à ciment BK4.
- 1990 : la capacité de production passe de 1500 à 1800 tonnes par jour, grâce à des modifications au niveau du précalcinateur et du refroidisseur (optimisation du four)
- Depuis 1997, la CADEM est devenue LAFARGE Meknès et faisant partie du Groupe Lafarge.

Plusieurs améliorations techniques ont été réalisées pour augmenter le niveau de production.

Toujours à la recherche des améliorations et de l'augmentation du rendement de ses installations et de leur exploitation.

IV. Présentation des services de LAFARGE de Meknès :

En partant de l'extraction des matières premières jusqu'à l'obtention du ciment, ce processus de fabrication nécessite l'existence de plusieurs services s'occupant chacun d'une ou plusieurs tâches :

IV.1 SERVICE CARRIERE-GEOLOGIE :

Ce service est responsable du contrôle de la qualité et la surveillance du respect de l'environnement, il permet l'approvisionnement des matières premières

IV.2 SERVICE FABRICATION :

Les ateliers composant la fabrication du ciment (concassage de la matière première, pré homogénéisation, broyage cru, cuisson, broyage cuit…) fonctionnent automatiquement, leur suivi se fait à partir d'une salle de contrôle.

IV.3 SERVICE ELECTRIQUE ET REGULATION :

Il intervient à la demande du service Fabrication. Il s'occupe de tout ce qui est moteurs électriques, transformateurs, automates…

IV.4 SERVICE COMMERCIAL :

Ce service est le plus mouvant car il permet de fixer les objectifs de vente de ciments sur une clientèle bien identifiée.
Leur travail se base sur la réception des bons de commande et des effets de commerce, la saisie des commandes et des bons de livraison.

IV.5 SERVICE STOCKAGE

Ce service a pour rôle de stocker les articles et matériels reçu par la société afin de les utiliser en cas de besoin. Le rôle du magasin est de déterminer les biens physiques exercés par les magasiniers.

IV.6 DIRECTION FINANCIERE :

Le service comptabilité générale s'occupe de tous les projets d'investissement quelle que soit leur nature car pour tous achats et approvisionnement, des commandes sont établies et présentées à la section Fournisseurs d'Exploitation qui s'occupe d'établir ces commandes par l'envoi d'une facture préformèrent.

IV.7 DIRECTION ADMINISTRATIVE:

Ce bureau s'occupe de la gestion du personnel pour répondre à un ensemble d'objectifs :

- Ajuster l'effectif des employés de façon à réaliser les objectifs fixés ;
- Motiver le personnel pour une organisation du travail au sein de l'entreprise.

IV.8 SERVICE CONTROLE DE QUALITE :

LAFARGE CIMENTS de Meknès est dotée d'un laboratoire équipé de tous les équipements nécessaires à la réalisation des contrôles depuis la réception des matières premières jusqu'aux expéditions du produit fini et ce conformément aux normes en vigueur et aux besoins de la clientèle. Le contrôle se fait en se basant sur 3 équations de références : LSF, MS et A/F. Le calcul de ces trois teneurs se fait à l'aide de quatre éléments : CaO, SiO_2, Al_2O_3 et Fe_2O_3.

- **Module LSF:**

$$LSF= 100 *Cao/(2,8*\%SiO_2+1,18*\%Al_2O_3+0,6*\%Fe_2O_3)$$

- **Module MS:**

$$MS = \%SiO_2 / (\%Al_2O_3 + \%Fe_2O_3)$$

- **Module A/F:**

$$A/F = C_3A / C_4AF = \%Al_2O_3 / \%Fe_2O_3$$

1. **Analyses physico-chimiques**

Pourcentage de CO_2
Perte de feu
Analyse par rayon fluorescents

2. Essais physique et mécanique :

- Détermination de la résistance à compression et à flexion
- Rupture des moules par flexion et compression
- Essai de prise pour le ciment

IV.9 SERVICE PROCEDE :

Le service procédé est un service qui s'intéresse aux différents procédés s'effectuant au sein de l'usine ; il contrôle en collaboration avec les services de fabrication et de qualité le processus de fabrication du ciment, aussi cherche-t-il à optimiser les paramètres de réglage de différentes installations (cuisson, broyage…).

IV .10 Service sécurité :

Il est le moteur pour la réalisation et l'encadrement de l'effectif de l'usine pour produire un ciment avec un objectif de zéro accident il a pour mission l'animation de la sécurité, le soutien de la hiérarchie en matière de sécurité, l'animation d'un comité de sécurité usine, instauration des procédures de sécurité,
et la gestion du réseau sécurité inter usine.

Figure2:outils de sécurité

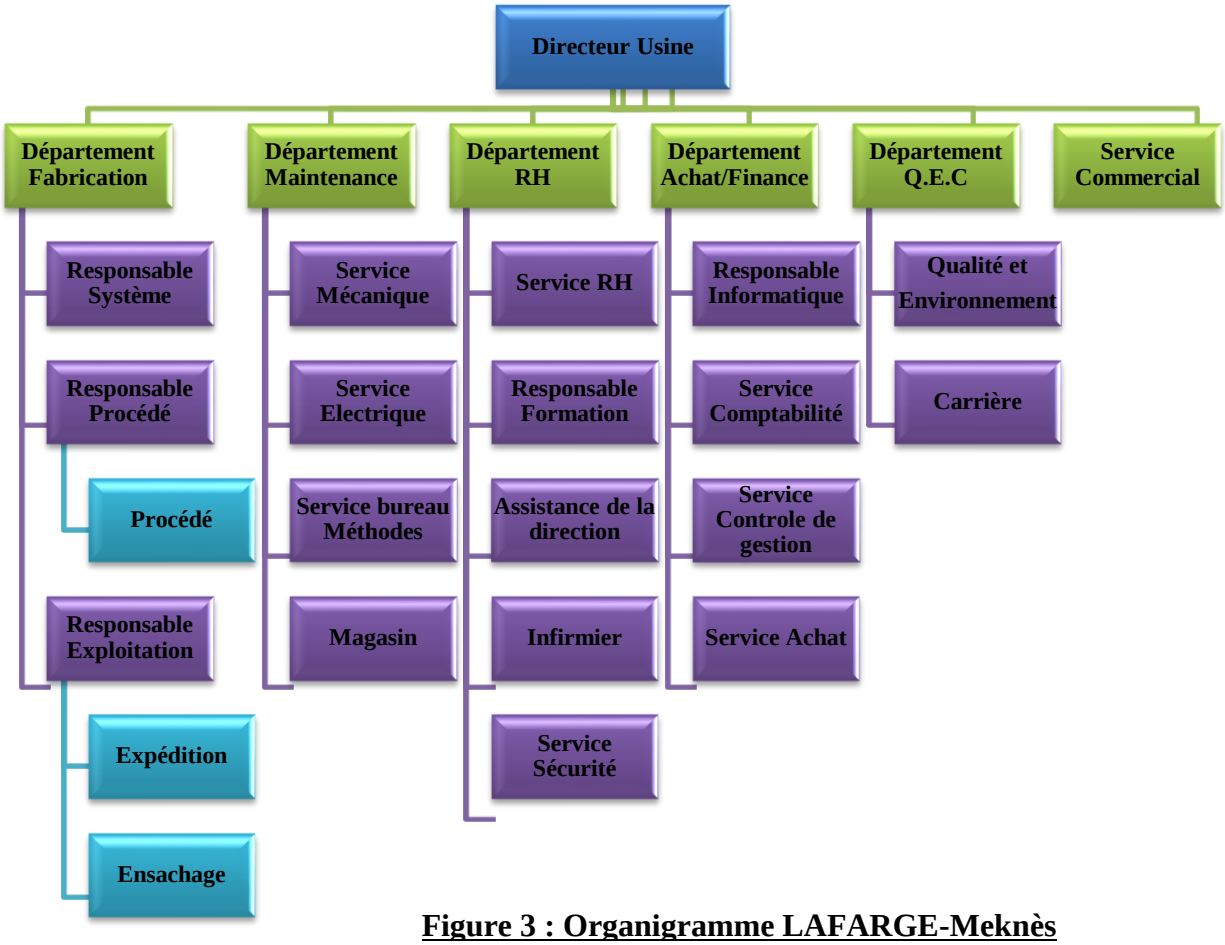


Figure 3 : Organigramme LAFARGE-Meknès

UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES
Département de chimie

Chapitre 2

Procédé de fabrication du ciment

LAFARGE CIMENTS

USINE DE MEKNES

Introduction

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

Le ciment est une poudre minérale constitué de silice (SiO_2), l'alumine (Al_2O_3), de la chaux (CaO) et l'oxyde de fer (Fe_2O_3) et leur durcissement du à la formation par combinaison avec l'eau le silicate et l'aluminate de calcium hydraté qui regroupe après pour former aluminé ferrites monosubstitués AFm.

Le développement et la multiplication de ces micros cristaux dans le temps qui expliquent l'augmentation de la résistance.

La matière première du ciment suit des étapes différentes, de la carrière à l'ensachage qui sont des transformations physique et chimique.

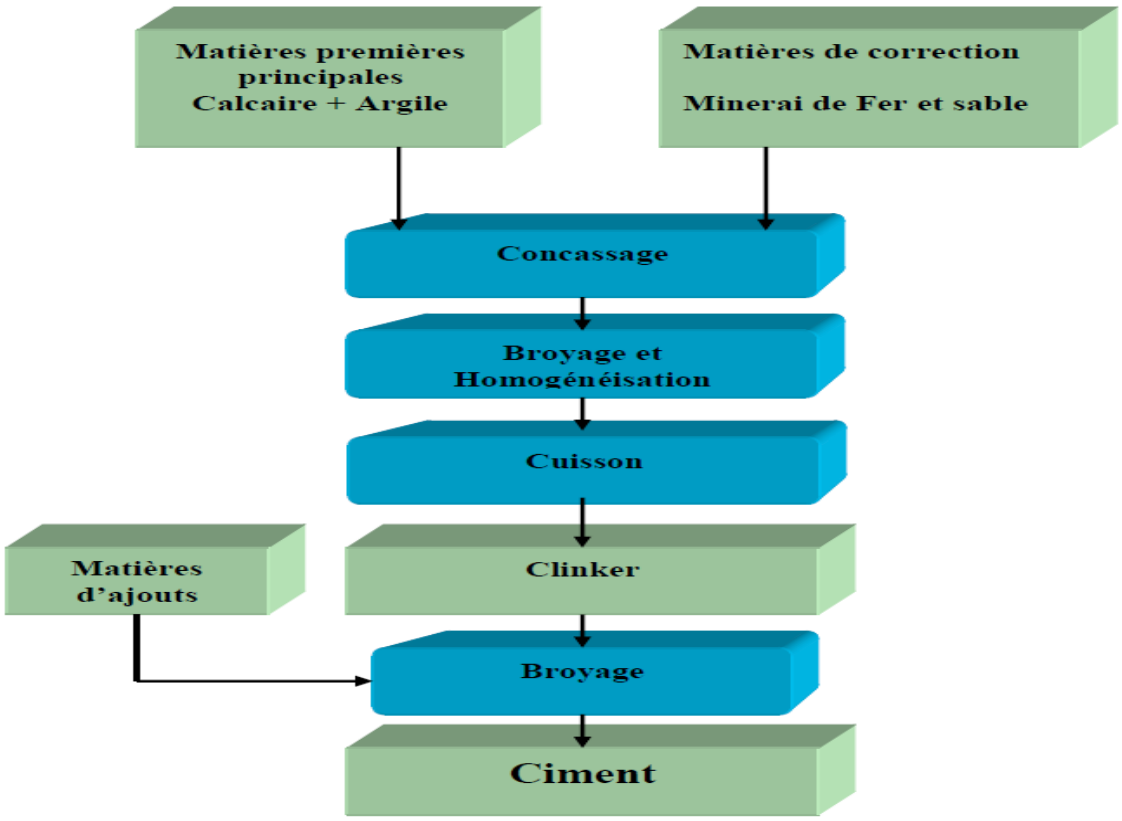


Figure 4 :les étapes de fabrication de ciment

Pour répondre aux besoins spécifiques de ses clients, LAFARGE Maroc met à leur disposition une large gamme de ciments gris: CPJ 35, CPJ 45 et CPJ 55.

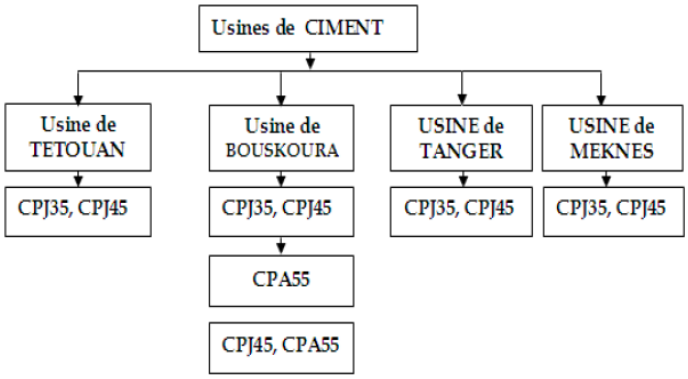


Figure 5 :Les différents types de ciment fabriqués à Lafarge-Maroc

CPJ 35 (Ciment portland avec ajout) :

Le pourcentage minimum CPJ 35 est un Ciment Portland(3) avec Ajouts, il doit contenir un en clinker de 65%, le reste étant constitué d'ajouts comme le calcaire et le gypse. Parmi les principales caractéristiques garanties par la norme, la R28 du CPJ 35 doit être supérieure à 22.5MPa

CPJ 45 (ciment portland avec ajout) :

Le CPJ 45 est un Ciment Portland avec Ajouts. Il doit contenir un pourcentage minimum en Clinker de 72%, le reste étant constitué d'ajouts comme le calcaire et le gypse.
Parmi les principales caractéristiques garanties par la norme, la Rc28 du CPJ 45 doit être supérieure à 32.5MPa.

CPJ 55 (Ciment portland avec ajout) :

Le CPJ55 est un Ciment Portland avec Ajouts composé principalement de clinker et de calcaire, il doit contenir un pourcentage minimum en clinker de 83%. Sa résistance à 28 jours doit être supérieure à 48 MPa.

II. Etape de fabrication du ciment :

II .1 : l'extraction des matières premières :

La carrière est située à 5,6 Km de l'usine, la matière première est extraite sur des fronts de 8 à 15 mètres par abattage et tirs de mines.
Les matières premières nécessaires à la production de ciment (carbonate de calcium, silice, alumine et minerai de fer) sont généralement extraites de la roche calcaire, de la craie, du schiste argileux et de l'argile. Ces matières premières sont extraites de la carrière par abattage.
Elles sont ensuite concassées et transportées par un curvoduc à l'usine où elles sont stockées et homogénéisées.

II .2 concassage :

C'est une opération qui consiste à réduire la granulométrie de la matière première en fragments de faibles dimensions (25 à 40 mm). Elle assure également un certain mélange des matières premières arrivant de la carrière (calcaire et schiste). La matière concassé est acheminée jusqu'à l'usine par tapis roulant (band curvoduc de longueur 5 Km) .

-La curvoduc :

On a besoin d'acheminer la matière vers les deux prés homogénéisation pour les stocker. Donc l'acheminement de la matière à partir de la carrière jusqu'à l'usine est assuré par un transporteur de longueur 6KM.

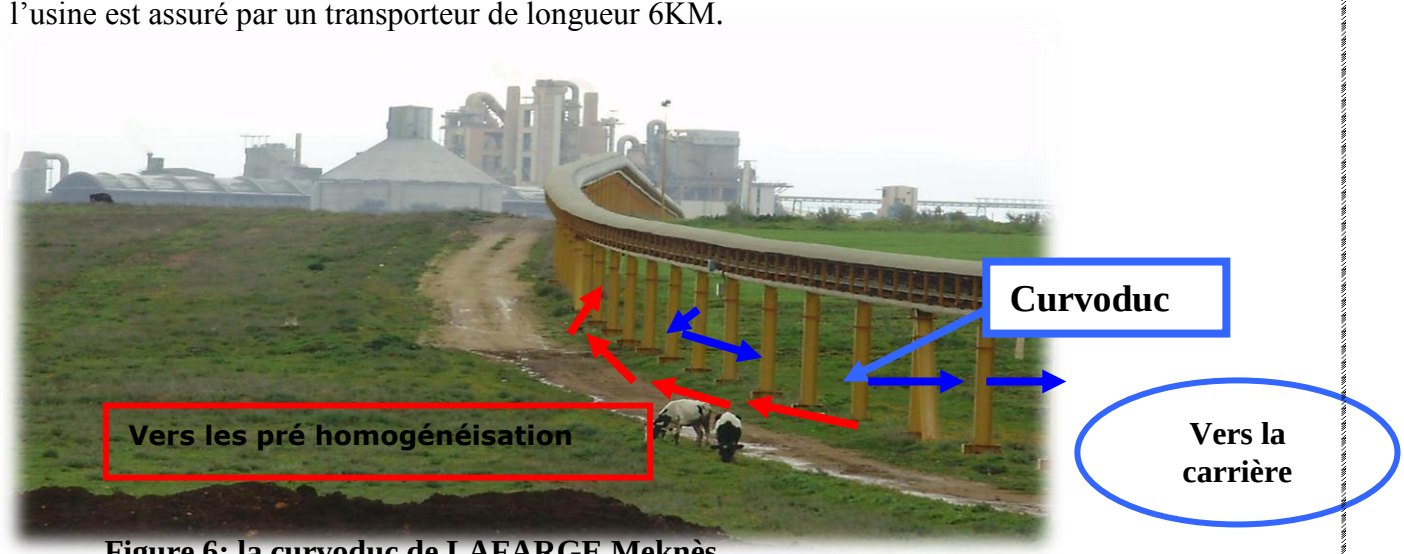


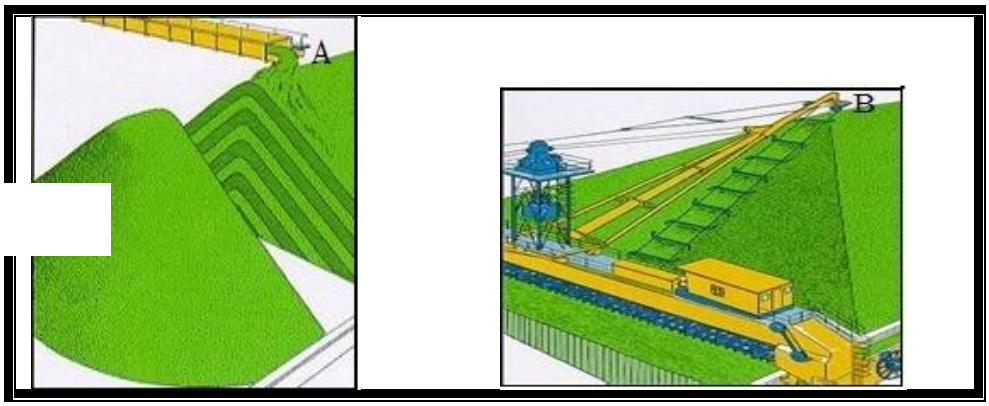
Figure 6: la curvoduc de LAFARGE Meknès

Ce transporteur et le plus long convoyeur dans l'Afrique et avec un seul moteur à bagues de 5500V et de démarrage par élimination des résistances rotorique.

II.3 : Pré homogénéisation :

La phase de pré homogénéisation consiste à créer un mélange homogène. Chimiquement, les matières de carrière sont souvent variables et il s'avère nécessaire de les mélanger pour éviter les variations brusques qui ont un impact néfaste sur la cuisson

Cette opération est réalisée dans un hall pour aboutir un mélange pré homogène.



II.4Préparation du cru :

La préparation du cru consiste à réaliser un dosage approprié des 4 constituants de bases : chaux, silice, Alumine et Fer.
Mais pour avoir un cru dosé, il faut ajouter des produits auxiliaires :

- Pélite : Apport de silice et Alumine.
- Phtanite : Apport de silice.
- Minerai de Fer : Roche riche en Oxyde de fer

Les matières premières constituant le cru doivent être finement broyés et parfaitement homogénéisées de manière à faciliter les réactions au cours de la cuisson.

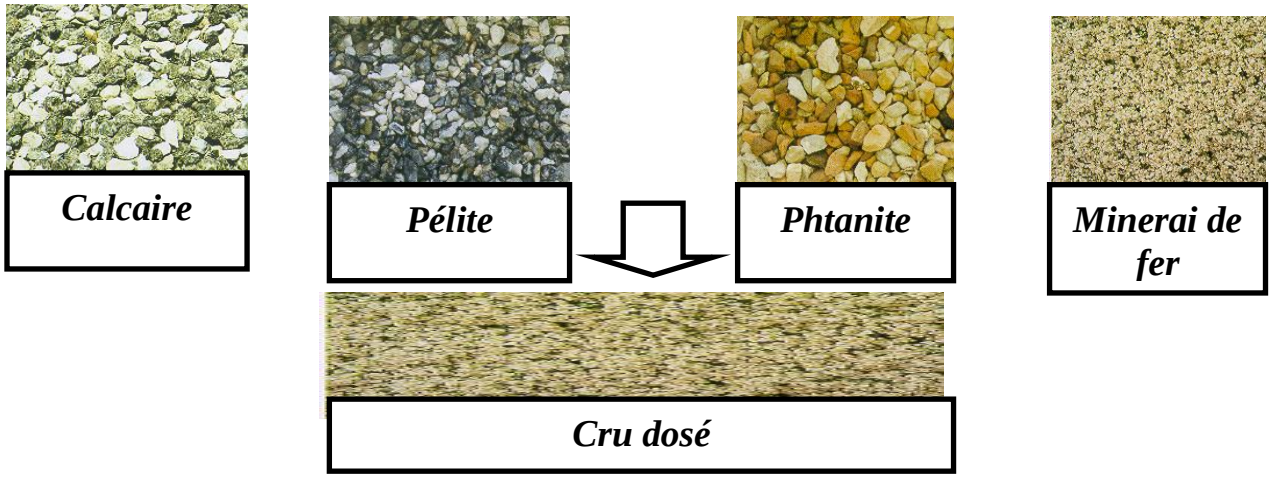


Figure7:composition de la matière première de cru

II.5 : Broyage cru :

Les matières premières doivent être finement broyées pour fragmenter la matière afin d'obtenir la granulométrie adéquate (30 mm vers 100µm) pour être chimiquement plus réactives au cours de cuisson dans le four. Les broyeurs utilisés sont des broyeurs à galets.

Le séchage et le transport de la matière broyée se fait à l'aide des gaz chauds provenant du four. le cru provenant de la pré-homogénéisation est alors réduit en poudre (farine).

Figure 8: Broyeur cru a galet

II. 6 : L'homogénéisation :

Après broyage, le cru est expédié, à l'aide de deux élévateurs, vers deux silos d'homogénéisation qui assurent à la fois le stockage et l'homogénéisation de la farine de capacité :

- Silo 1: 7500 tones.
- Silo 2: 5000 tones..

II. 7: Preparation du combustible:

L'usine de Meknès utilise deux types de combustible :

- combustible solide : *coke de pétrole + les pneus déchiquetés*
- combustible liquide : fuel

Le coke de pétrole va subir une opération de broyage avec un broyeur verticale, après le broyage le coke broyé est transporté vers un filtre qui alimente les trémies d'alimentation des deux four en coke.

Le fuel va subir un petit chauffage jusqu'à 120 °C afin de diminuer sa viscosité pour faciliter son transport vers les fours (utilisé surtout pendant l'allumage des fours).

II.8 : cuisson :

La cuisson recouvre toutes les étapes de transformation chimique de la farine crue, jusqu'à la formation du clinker.

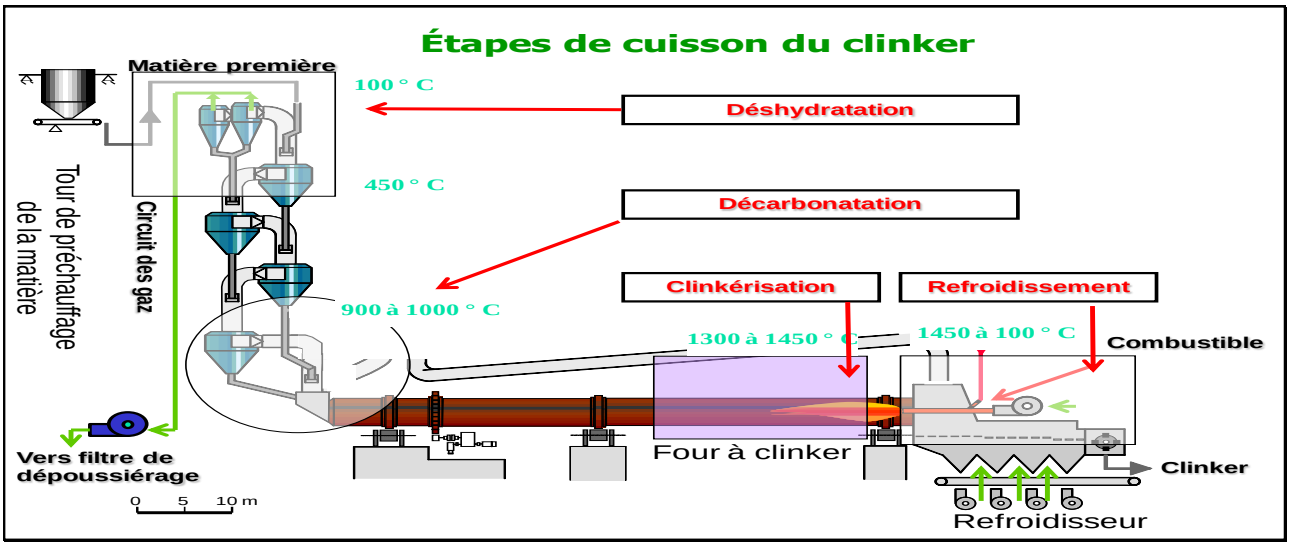


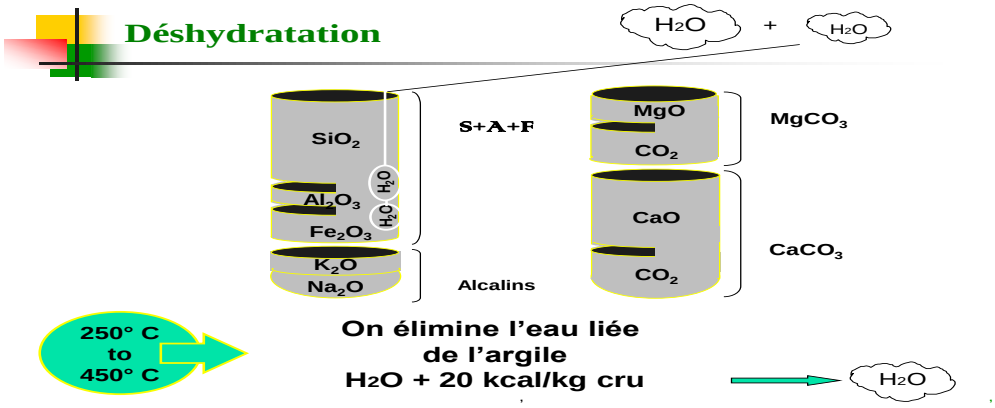
Figure 9 les étapes de la cuisson

1 .Déshydratation :

La tour cyclones est un échangeur de chaleur à voie sèche constituée de quatre à cinq étages.

Elle permet d'effectuer un échange thermique à contre-courant entre les gaz chauds(850).

Cette préparation consiste à sécher, déshydrater partiellement la matière crue en réutilisant une partie de l'énergie calorifique.



2. Décarbonatation :

Elle se fait dans le précalcinateur placé entre le préchauffeur et le four.
Cette opération qui s'effectue à des températures entre 650 ^{0}C et 900 ^{0}C, permet de libérer le gaz carbonique pour obtenir la chaux nécessaire à la fabrication.

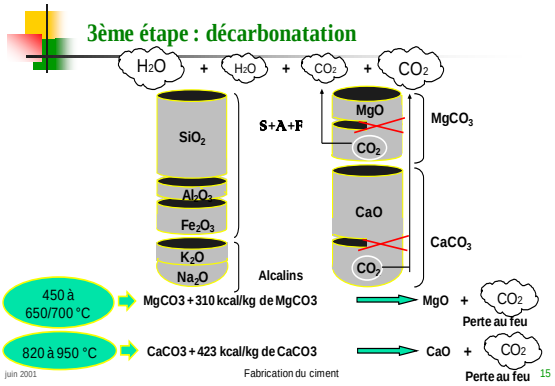


Figure10 : un préchauffeur

3. Clinkérisation :

Le cru va suivre différentes étapes de transformation lors de sa lente progression dans le four rotatif vers la partie basse à la rencontre de la flamme.
La température nécessaire à la clinkerisation est de l'ordre de 1 450 °C. L'énergie consommée se situe entre 3 200 et 4 200 kJ par tonne de clinker, qui est le produit semi fini obtenu à la fin du cycle de cuisson. Il se présente sous forme de granules grises.
A partir de 650°C environ, la première réaction de transformation de clinkérisation commence à se produire.
Le carbonate de calcium issu du calcaire subit une réaction de décarbonatation

$$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$$

On obtient alors de la chaux vive (CaO) accompagnée d'un important dégagement gazeux de CO_2.

Sous l'effet de la chaleur, on observe une scission de l'argile en silice (SiO_2), en alumine (Al_2O_3) et en oxyde de fer (Fe_2O_3). A partir d'environ 1300°C les réactions de clinkérisation se poursuivent.

Oxyde de fer (Fe_2O_3) + alumine (Al_2O_3) + oxyde de calcium (CaO) → aluminoferrite tétracalcique ($Ca_4Al_2Fe_2O_{10}$).

Alumine (Al_2O_3) + chaux vive (CaO) → aluminate tricalcique ($Ca_3Al_2O_6$).

Ces deux composés nouvellement formés constituent la phase liquide du mélange qui continue de progresser vers la partie la plus chaude du four. La silice (SiO_2)

La chaux vive (CaO) restant se dissolvent dans cette phase et réagissent entre-elles selon la réaction suivante :

Silice (SiO_2) + chaux vive (CaO) → silicate bi calcique (Ca_2SiO_4)

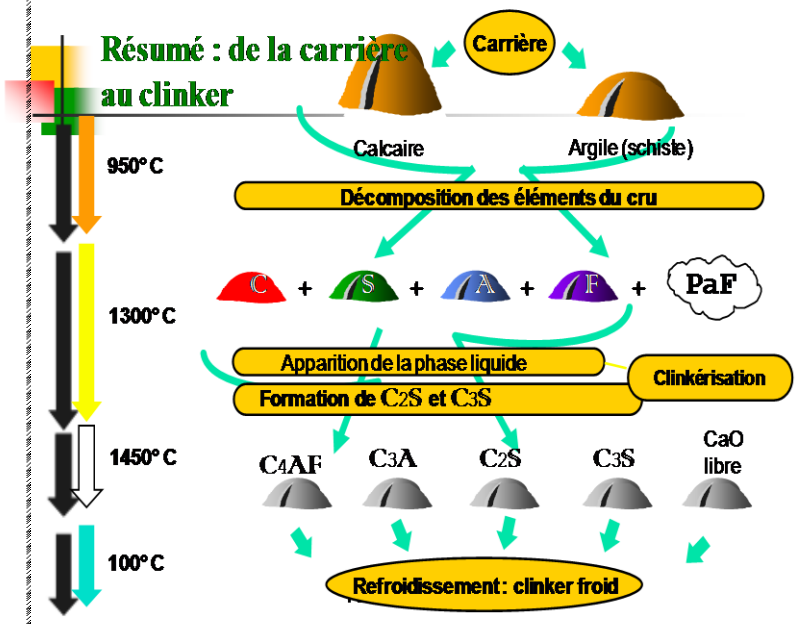
La réaction peut se poursuivre éventuellement s'il reste de l'oxyde de calcium (CaO) qui n'a pas encore réagi :

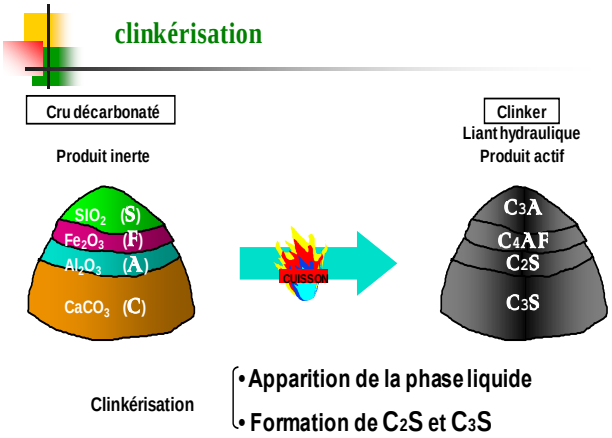
Silicate bi calcique (Ca_2SiO_4) + chaux vive (CaO) → silicate tricalcique (Ca_3SiO_5)

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

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

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





II.9.Refroidisseur :

Le clinker produit est trempé (refroidissement rapide) par refroidisseur à grille qui abaisse la température de 1450°C à 100°C par soufflage d'air.
La procédure de refroidissement après cuisson joue un rôle très important sur la forme et la réactivité des constituants du clinker, il évite la décomposition de C_3S en C_2S, la précipitation de MgO sous forme de gros cristaux et le changement de la forme cristalline de C_2S qui provoque la modification des propriétés hydraulique du ciment.

Un refroidissement trop lent provoque deux transformations indésirables :
1 : $C_3S \longrightarrow C_2S + CaO$ *(libre) « cette réaction se catalyse par* Fe_2O_3 *»*
2 : C_2S, C_3S *: change de réseaux cristallin qui va modifie les propriétés hydrauliques du ciment*
Le clinker sortant du refroidisseur est transporté par un élévateur vers un silo de stockage de capacité de 40 000 tonnes.

Figure 11:clinker

II.10 Le broyage du ciment et l'expédition :

Le clinker est additionné d'une faible quantité de gypse (3 à 5 %), indispensable pour réguler la prise du ciment, et le mélange est broyé très finement pour obtenir un ciment pur . Lors de cette phase de production, différentes matières minérales,

appelées « ajouts cimentaires », peuvent être incorporées en plus du gypse. Utilisés dans des proportions variables, ces ajouts, d'origine naturelle ou industrielle, confèrent au ciment des propriétés particulières telles que : une perméabilité réduite, une meilleure résistance aux sulfates et aux milieux naturels agressifs, une excellente ouvrabilité, une qualité de finition supérieure

II.11 : Stockage du ciment et Ensachage :

Le ciment est expédié par des pompes à vis à l'aide des compresseurs d'air vers des silos de stockage du produit fini.

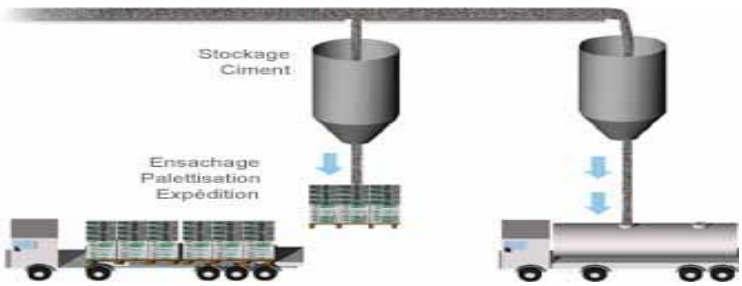


Figure 12:stockage de ciment

Lafarge dispose de 2 silos d'environ 5000 tonnes, et 4 silos de 2000 tonnes chacun.
La capacité de stockage totale est d'environ 18000 tonnes de ciment.

Chapitre 3:

Réalisation du sujet

LAFARGE CIMENTS
USINE DE MEKNES

Introduction

Le processus d'hydratation ne dépend pas uniquement des 4 phases obtenues à la fin de la cuisson (C_3A. $C_3S.C_2S.C_4AF$) qui sont obtenues a partir des réactions suivantes :

$4CaO + Al_2O_3 + Fe_2O_3 \longrightarrow (CaO)_4, Al_2O_3, Fe_2O_3$

C'est le compose C_4AF

1. $3CaO + Al_2O_3 \longrightarrow (CaO)_3, AlO_3$ Alumino-tricalcique C_3A
2. $2CaO + SiO_2 \longrightarrow (CaO)_2, SiO_2$, Silicate bicalcique C_2S
3. $3CaO + SiO_2 \longrightarrow (CaO)_3, SiO_2$ Silicate Tricalcique C_3S

aussi de l'effet des sulfates (présent dans le gypse), Ce sulfate joue le rôle de régulateur de prise, alors il devait donc tenir compte de la teneur en SO3 avant d'ajouter du gypse au clinker et c'est le but de mon sujet :

- Optimisation de pourcentage de SO3 en fonction de la résistance.

ETUDE DU SUJET

A travers cette partie, nous nous présentons tout d'abord la problématique de notre étude, puis la méthode de déroulement des expériences. J'analyse par la suite les résultats obtenus à partir des essais au niveau du laboratoire.

Présentation du sujet.

Le sujet se déroule sur optimisation de pourcentage de SO_3 en fonction de la résistance, alors que le service contrôle de qualité doit effectuer des analyses et des essaies pour déterminer les différents concentrations de sulfate qui peuvent améliorer ou détériorer les propriétés de ciment.

Afin d'étudier l'impact de la teneur en SO_3 sur les résistances du ciment, il est primordial que les autres facteurs influençant sur le ciment soient stables et fixes. Or, il est difficile voire impossible de stabiliser tous ces paramètres en industrie.

Dans une deuxième partie du sujet, nous nous sommes posé la question sur la recherche d'une composition optimale de pourcentage de SO_3 .Puis nous avons réalisé des essais physique afin de mesurer les réponses de notre plan de mélange qui sont : la résistance mécanique à la compression à un jour (Résistance1j), la

résistance mécanique à la compression à deux jours (Résistance 2j) (Résistance7j) et (Résistance 28j), la surface spécifique Blaine, la prise du ciment. En fin, nous avons utilisé s afin de tirer le point optimum du mélange.

Hydratation :

Hydratation de ciment est un processus hétérogène ou la réaction met en jeu est un solide avec l'eau.

Les phases silicates et en particulier le silicate tricalcique C_3S (Ca_3SiO_5) et (Ca_2SiO_4) au contact avec l'eau se dissolvent sous forme d'ions qui interagissent entre eux et forment des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et de la portlandite ($Ca(OH)_2$). Ce derniers possède une composition variable $(CaO)x(SiO_4)y(H_2O)z$ avec $0.6 < x/y < 2$ et $1 < z < 4$.

La dissolution de C_3S :

$$Ca_3SiO_5 + 3H_2O \Rightarrow 3Ca^{2+}_{(aq)} + 4OH^-_{(aq)} + H_2SiO_4^{2-}$$

La précipitation des C-S-H:

$$xCa^{2+}_{(aq)} + 2(x-1)\ OH^- + H_2SiO_4^{\ 2-}_{(aq)} \Rightarrow CaOx\text{-}SiO_2\text{-}H_2Oy$$

Pour les phases aluminates, la phase C_3A présente une réactivité avec eau qui donne par la suite les ettringite qui regroupe pour former hydro-aluminate de calcium AFm.

$$C_3A + 3CaSO_4.2H_2O + 26H_2O \Rightarrow C_3A\ .3CaSO_4.32H_2O$$

L'augmentation de la température est accélère les réactions d'hydratation et cette augmentation du à :

- La quantité de clinker
- Les teneurs en aluminate tricalcique (C_3A) et silicate tricalcique (C_3S)
- La température extérieure.

Déroulement des expériences.

1 .Essaie physico-chimiques

On commence d'abord par les essaies sur la matière première cru :

- **Lime de Saturation Facteur : LSF**

Appelée aussi module de saturation en chaux.

Ce facteur présent le rapport entre la masse d'oxyde de calcium contenu dans le cru.

LSF = 100C/ (2.8S+1.65A+0.35F)

- **Module silicique : MS**

Il permet d'égaler la proportion de C_3S et C_2S par rapport aux C_3A et C_4AF.

Généralement il est définit par le rapport suivant :

$MS = SiO_2/ (Al_2O_3+Fe_2O_3)$

Habituellement, ce module se situe dans l'intervalle suivant : $1.8 \leq MS < 3.4$
La variation de ce module conduit à :

- Instabilisation d'écroûtage.
- Variation de la chaux libre.
- Cuisson difficile.

➢ **Module alumineux ferrique : A/F**

$$A/F = \frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$$

Le module alumino-ferritique est généralement compris entre : $1.5 \leq MAF < 2,5$

-*Calcimétre:*

Est un appareil utilisé pour la détermination du pourcentage de calcaire dans le ciment

- Description d'un Calcimétre : un appareil qui permet de mesurer le

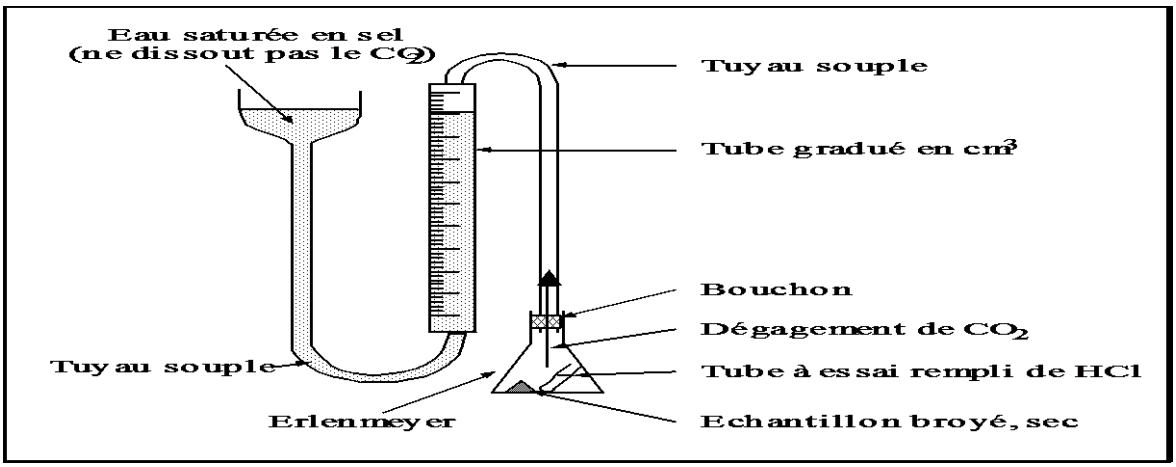
volume de CO_2 dégagé par action de l'acide chlorhydrique (HCl) sur le carbonate de calcium ($CaCO_3$) de l'échantillon à analyser à fin de déterminer le pourcentage de calcaire contenu dans le ciment.

- Principe : Le pourcentage des ajouts permet de contrôler la valeur du

Calcaire dans le ciment. Se fait par l'attaque d'acide chlorhydrique (à 50%) selon la réaction suivante

$$\mathbf{CaCO_3 + 2\,HCl \rightarrow CO_2 + H_2O + CaCl_2}$$

En effet la quantité de CO_2 dégagé est emprisonnée dans le tube du Calcimétre et chaque volume à un pourcentage indiquant la quantité de calcaire dans le ciment.
(Le $CaCO_3$ indique le carbonate de calcium présent dans l'échantillon)



Analyse par rayon fluorescents

L'usine dispose d'un spectromètre de fluorescence X OXFORD, MDX 1080 et un autre de paillasse. Ils permettent l'analyse simultanée des éléments suivants: SiO_2, AL_2O_3, Fe_2O_3, CaO, MgO, SO_3, K_2O et Na_2O

2. Essai physique et mécanique :

La salle des essais physique consiste à effectuer des contrôles physiques et mécanique au ciment pour atteindre un niveau de qualité.

A .Essai de compression :

L'essai de compression consiste à soumettre une éprouvette de forme cylindrique, placée entre les plateaux d'une presse, à deux forces axiales opposées

B .Essai de flexion :

L'essai de flexion 3 points permet également de mesurer la résistance à la rupture d'un matériau.
Cet essai se caractérise par la simplicité du montage de l'éprouvette et sa géométrie simple (peu ou pas d'usinage). Lors du test, la partie supérieure est en compression et la partie inférieure en traction.

Application sur échantillon :

1 Préparation de l'échantillon :

Dans la salle de gachache et à une température de 20 ^{0}C et humidité 50 % on prépare des moules
Dans un malaxons on met
450g de ciment
225 g de l'eau distillée
Sable
On mélange la préparation pour obtenir un mortier normalisé.

Figure13 : Malaxeur de ciment

Dans cette table on met la patte préparer dans des moules a trois alvéoles .Le compactage est réalisé par des secousses de 60 frappes à l'aide d'un axe excentrique relié à un moteur pour dégager l'air

Figure14: Table à chocs

Sous forme de moules, les prismes de mortier sont conservés en premier lieu dans une armoire climatique pendant 24h, puis et après un décoffrage on les plonge dans un bac à eau d'une durée entre 2 à 28 jours.

Figure15: Armoire Climatique

Les prismes de mortier normalisés sont cassés en deux par un effet de flexion

Figure 16: casseur de mortier

Détermination de la compression en Méga Pascal des deux prismes cassés après essai de flexion

Figure17: Compression hydraulique

Résultats obtenues :

Date de prélèvement	Type de ciment	Lieu de prélèvement	Reference Gâchage	Essais Mécaniques							
				Flexion				Compression			
				1j	2j	7j	28j	Rc 1j	Rc 2j	Rc 7j	Rc 28j
20-avr-15	CPJ 45 adj	BK5	ECH N° 1	1,70	3,20	5,10	6,40	5,05	12,82	24,25	34,17
20-avr-15	CPJ 45 adj	BK5	ECH N° 2	2,10	3,20	4,70	6,90	6,90	13,65	25,95	36,30
20-avr-15	CPJ 45 adj	BK5	ECH N° 6	2,00	3,60	5,10	6,30	6,45	13,60	26,30	33,45
20-avr-15	CPJ 45 adj	BK5	ECH N° 9	2,00	3,50	4,90	6,50	7,15	13,35	25,65	35,98
20-avr-15	CPJ 45 adj	BK5	ECH N° 13	1,80	3,20	5,20	6,60	6,05	12,18	26,00	36,30
20-avr-15	CPJ 45 adj	BK5	ECH N° 14	1,70	3,30	4,70	6,40	5,35	12,63	23,15	33,77
20-avr-15	CPJ 45 adj	BK5	ECH N° 18	1,50	3,10	4,30	6,00	4,80	11,90	21,70	32,17
20-avr-15	CPJ 45 adj	BK5	ECH N° 20	1,50	2,50	4,30	6,20	4,40	10,75	22,75	32,55
20-avr-15	CPJ 45 adj	BK5	ECH N° 27	1,50	3,10	4,20	6,70	4,50	9,90	21,95	32,80
20-Avr-15	CPJ 45 adj	BK5	Ech A	1,50	3,10	4,80	6,30	4,95	12,48	23,40	33,10
20-Avr-15	CPJ 45 adj	BK5	Ech B	1,40	2,30	4,10	6,20	4,25	8,68	20,15	32,02

Interprétation ;

Le tableau indique l'essai mécanique d'un échantillon prélevé de broyeur de clinker 5,ce qui concerne les résultats obtenues, on constate que la compression est faible par rapport aux normes (42Mpa). Alors comme résultats principales on remarque que ce ciment est de mauvaise qualité.

2 Essai de la prise

L'essai de prise a pour but de déterminer le temps de prise.

Le début de prise correspond au moment où l'on observe une augmentation de la viscosité, ou raidissement de la pâte, on le mesure au moyen de l'aiguille normalisée (appareil de Vicat) selon les normes d =±6mm. Ces normes dépendent de l'eau de gâchage .Puis on passe le ciment dans un prisometre dont lequel on commence à déterminer le début et la fin de prise durant chaque 15min.
Si le temps est supérieur à 90min on a une bonne qualité de ciment.

.

Figure 18: Appareil de vicat

Chapitre 3:

Partie expérimentale

LAFARGE CIMENTS
USINE DE MEKNES

Introduction

Dans cette parie, nous avons fait une analyse statistique sur le pourcentage de SO_3 en fonction de la résistance.
L'analyse statistique est une méthode ainsi qu'une technique qui comprend la collecte des données l'interprétation de celles-ci.
A cet effet nous nous sommes intéressés de faire les analyses sur la variation de résistance avec le taux de sulfatage qui passe par un maximum (optimum).

Définition de sulfatage optimum :

Un sulfatage optimum est réalisé pour chaque ciment. Il correspond à une échéance donnée à la variation des résistances de compression avec le taux de SO_3 qui passe par un maximum. Ce maximum se décale vers les plus hautes teneurs en SO_3 avec le temps d'hydratation de 1 à 28jours.

Mode opératoire de l'échantillon :

On commence d'abord par prélèvement des échantillon dans un broyeur de clinker 5, le prélèvement est effectué manuellement d'une façon spot (non

périodique).
On met 1 $\pm$ 0,5 de ciment de BK5 et on dispose dans un four à moufle pendant 35min (calcination à 950 C) *et ensuite* calculer la perte de feu.(C' est la perte de masse

qui résulte de l'échauffement d'un matériau).

- Relation de la perte de feu :

$$\%PF = \frac{(m1 - m2)}{2} * 100$$

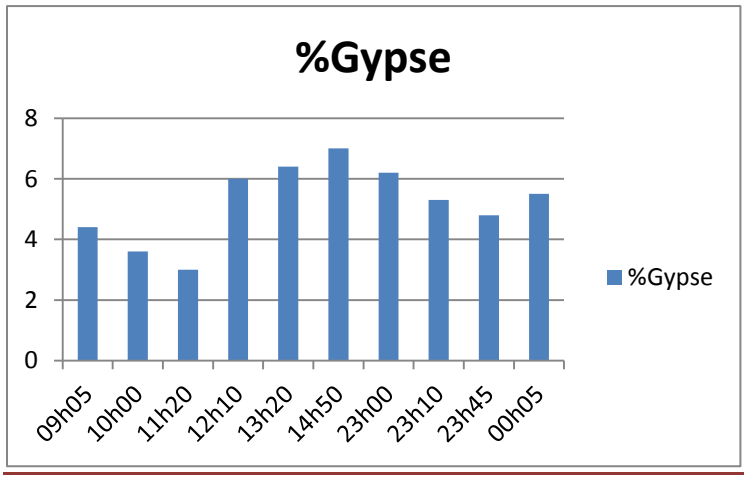
On met 1g d'échantillon +5g fondant (tétra borate de lithium), puis on dispose dans une perleuse et on fait les analyses par fluorescence X pour détecter les oxydes.

Résultats obtenues :

Analyses chimiques									
Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	SiO_2	SO3	Na_2O	MgO	P_2O_5	K_2O	P,F
4,16	3,04	56,85	19,19	2,36	0,18	1,36	0,08	0,41	11,80
4,23	3,06	57,04	19,24	2,21	0,17	1,34	0,08	0,38	11,70
4,16	2,98	57,25	18,69	2,05	0,18	1,32	0,07	0,41	12,01
4,07	2,91	57,40	18,43	1,80	0,18	1,30	0,07	0,40	12,37
4,14	2,97	57,48	18,62	1,61	0,18	1,28	0,08	0,42	12,33
4,14	3,02	56,75	18,19	2,90	0,19	1,39	0,08	0,42	11,66
4,17	3,00	57,03	18,64	2,68	0,19	1,38	0,08	0,44	11,90
4,18	3,03	57,02	18,78	2,77	0,18	1,39	0,08	0,43	11,74
4,19	3,05	57,25	18,27	2,99	0,19	1,39	0,01	0,41	11,45
4,69	3,00	56,96	18,64	2,53	0,18	1,36	0,08	0,41	11,82
4,12	3,04	56,97	18,17	3,14	0,19	1,39	0,08	0,43	11,85

- **Interprétation :**
  Ce tableau rassemble les pourcentages des différents oxydes qui sont obtenus par spectroscopie fluorescence X. nous notons que la variation du pourcentage de SO_3 est inférieure à la norme et qui varie de 3,5 % à 4%

La variation de gypse en fonction de temps :



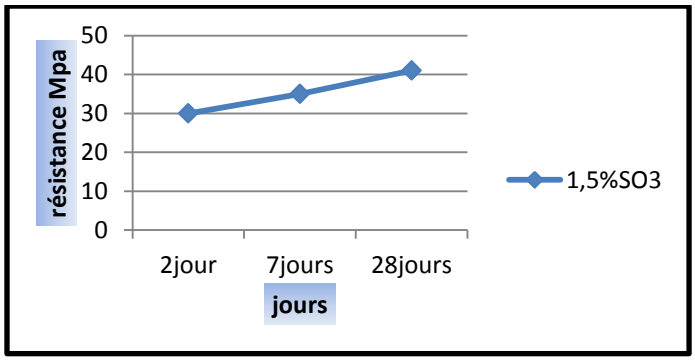
heures	%Gypse
09h05	4,4
10h00	3,6
11h20	3
12h10	6
13h20	6,4
14h50	7
23h00	6,2
23h10	5,3
23h45	4,8
00h05	5,5

Attention :

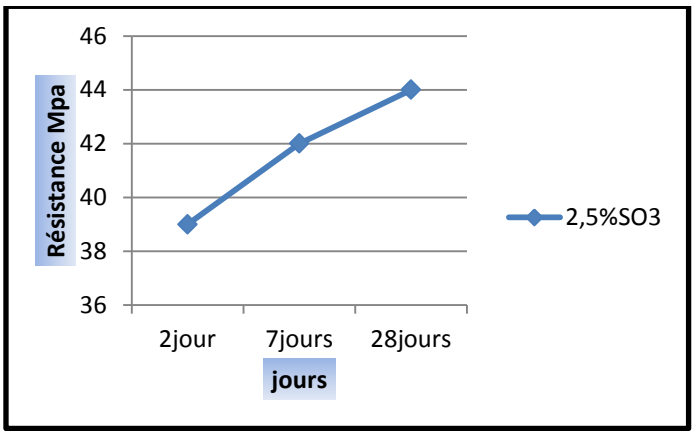
La variation de %de Gypse va modifier la finesse alors il faut maintenir une finesse constante pendant tout l'essai (dans lequel on baisse et on augmente le pourcentage de Gypse), vérifiant les point hauts en $\%SO_3$ selon les normes NM10-1-004 $SO_3<4\%$

- La courbe présente la variation de pourcentage de gypse en fonction du temps dont le but de savoir l'optimum de sulfatage exact et celle qui marche avec les normes.

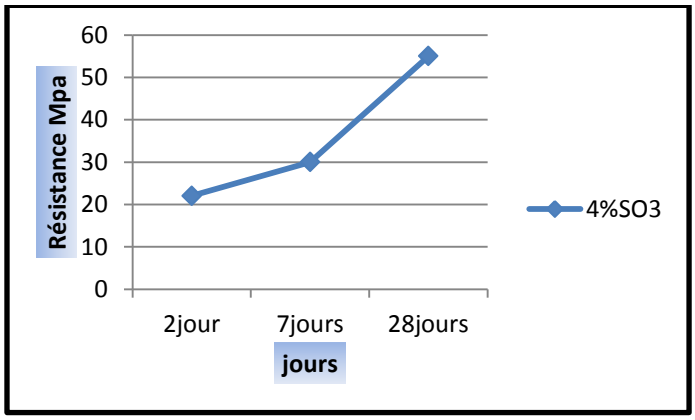
La relation entre la résistance et le pourcentage de $SO_3(CaSO_4)$:



jours	Rc Mpa
2jour	30
7jours	35
28jours	41



JOURS	Rc Mpa
2jour	39
7jours	42
28jours	44



JOURS	Rc Mpa
2jour	22
7jours	30
28jours	55

Les courbes montrent la variation de résistance mécanique en fonction de temps de différents pourcentages de SO_3, dont la résistance est mesuré en trois taux de sulfate, la résistance mécanique en 4% de SO_3 est faible pendant les 1ere jours que celle de 1,5 et 2,5% puis au début de 7jours on observe une augmentation de la résistance pour 4% et cela dû à la précipitation des ettringites qui est lent à cause de la ralentie l'hydratation de C_3A(car la quantité de SO_3 est importante) alors on observe une augmentation de la résistance à long terme.

Le rapport Clinker –SO_3 :

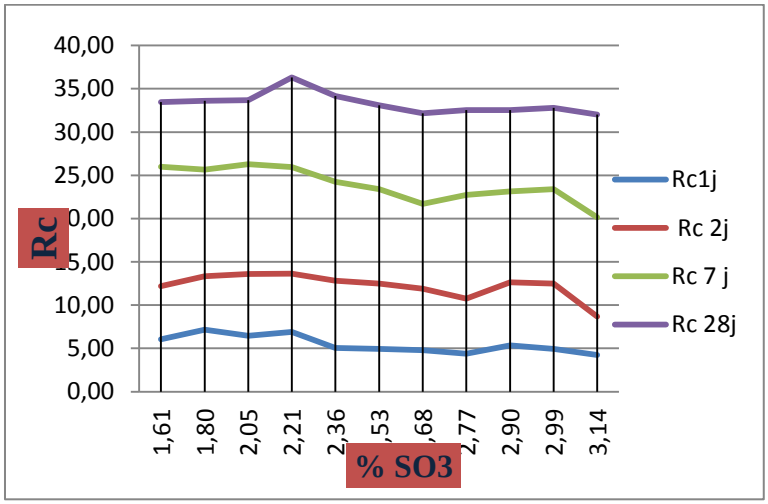
Date de prélèvement	Lieu de prélèvement	Reference Gâchage	%CK	%SO_3
20-avr.-15	BK5	ECH N° 1	64,50	2,36
20-avr.-15	BK5	ECH N° 2	65,10	2,21
20-avr.-15	BK5	ECH N° 6	64,60	2,05
20-avr.-15	BK5	ECH N° 9	64,10	1,80
20-avr.-15	BK5	ECH N° 13	64,10	1,61
20-avr.-15	BK5	ECH N° 14	64,20	2,90
20-avr.-15	BK5	ECH N° 18	64,10	2,68
20-avr.-15	BK5	ECH N° 20	64,30	2,77
20-avr.-15	BK5	ECH N° 27	65,00	2,99
20-avr.-15	BK5	Ech A	64,10	2,53

Le tableau présente le résultat de l'essai de gypsage du rapport clinker-SO_3 pour optimiser la résistance mécanique. Ces essaies sont suivies par la norme de Gypsage optimum ciment Meknès

%clinker	%SO3	%clinker2	%SO33
63	2,27	80	2,84
64	2,3	81	2,88
65	2,34	82	2,92
66	2,38	83	2,95
67	2,41	84	2,99
68	2,45	85	3,02
69	2,48	86	3,06
70	2,52	87	3,1
71	2,56	88	3,13
72	2,59	89	3,17
73	2,63	90	3,2
74	2,66	91	3,24
75,5	2,7	92	3,28
76	2,72	93	3,31
77	2,74	94	3,35
78	2,77	95	3,38
79	2,81	95	3,4

Influence de SO_3 sur la résistance:

Reference Gâchage	Rc 1j	Rc 2j	Rc 7j	Rc 28j	%SO_3
ECH N° 13	6,05	12,18	26,00	33,30	1,61
ECH N° 9	7,15	13,35	25,65	33,78	1,80
ECH N° 6	6,45	13,60	26,30	33,95	2,05
ECH N° 2	6,90	13,65	25,95	36,30	2,21
ECH N° 1	5,05	12,82	24,25	34,17	2,36
ECH N° A	4,95	12,48	23,40	33,10	2,53
ECH N° 18	4,80	11,90	21,70	32,17	2,68
ECH N° 20	4,40	10,75	22,75	32,55	2,77
ECH N° 14	5,35	12,63	23,15	32,54	2,90
Ech 27	4,95	12,48	23,40	32,80	2,99
Ech B	4,25	8,68	20,15	32,02	3,14



Interprétation :

La courbe présente optimisation de SO_3 en fonction de résistance, cet optimum est bien observé à 2,21 %de $S0_3$ pour le ciment au gypse, puis l'optimum tend à disparaitre pour évoluer vers une augmentation continue de la résistance avec le taux de SO_3.

L'optimum de sulfatage s'observe lorsqu'il y a simultanéité entre accélération d'hydratation de silicate et la dissolution d'aluminate (précipitation des AFm), la simultanéité des phases est amélioré la résistance mécanique du fait de l'augmentation du degré d'hydratation.
Et d'un autre côté, l'optimum de sulfatage a une échéance coïncide à la teneur de sulfate nécessaire pour former l'ettringite correspond exact à l'espace poreux laisser par le C-S-H : $V_{ettringite}=V_{poreux\ C\text{-}S\text{-}H}$=résistance mécanique maximale.

- Les facteurs influençant l'optimum de sulfatage :

Les facteurs qui influencent l'optimum de sulfatage c'est le sulfate alcalin (soufre formé avec les alcalin présent dans la matière première le sulfate alcalin) de clinker qui accélère les réactions d'hydratation qui augmente la résistance au jeune âge puis il la diminue à long terme, Cela signifie que le taux de sulfate de calcium pour lequel les résistances sont maximales est décalé vers les forts taux de sulfate alcalin avec le temps.
Autre influence, on a la température ainsi que les sels organique utilisé dans le domaine de la formulation de béton.

Conclusion

Au terme de ce mois, ce stage m'aura apporté ce que je cherchais en complément de mes acquis académiques au cours de mon parcours universitaire, à savoir l'utilisation des différents outils d'exploitation utilisés au sein du Service de laboratoire, de l'entreprise Lafarge Meknès, qui compte parmi les entreprises si importantes utilisant des méthodes précises pour la fabrication du ciment.

En complément, la partie concernée à la caractérisation minéralogique des éléments exploités par analyse et essai a été quelque chose de très enrichissante. J'ai notamment approfondi ma connaissance, sur la méthode de la fabrication du cru et l'amélioration de sa qualité dans un domaine qui m'était inconnu, et d'élargir mes connaissances concernant le monde industriel ainsi que les problèmes quotidiens de l'entreprise, tous ces études m'ont plongé dans un domaine qui poursuit une mutation importante.

Cette période professionnelle a également été un moyen de mettre en évidence l'importance de la gestion, la planification rigoureuse de chaque étape,
Et de savoir aussi que le zéro accident est parmi les objectifs prioritaires de performance en matière de sécurité est l'un des éléments essentiel non seulement pour le personnel mais aussi pour les intervenants extérieurs, sachant que la ponctualité est une caractéristique remarquable dans tout le personnel de l'usine.

Cette expériences m'a permis à la fois de travailler en autonomie et en équipe et aussi la nécessité d'être ordonnée et curieuse.