



Licence Sciences et Techniques (LST)  
**Techniques d'Analyse et Contrôle Qualité**

**TACQ**

**PROJET DE FIN D'ETUDES**

**OPTIMISATION DU POURCENTAGE DE  $SO_3$  DANS LE  
CIMENT CPJ45 EN FONCTION DE LA RESISTANCE  
MECANIQUE**

**Présentée par :**

- ◆ **ECHERKI Marwa**

**Encadré par :**

- ◆ **Mr BABY Jaafar (Société)**
- ◆ **Pr CHAOUQI Mohammed (FST)**

**Soutenu Le 16 Juin 2015 devant le jury composé de:**

- **Pr J. ASSOUIK**
- **Pr M.K. SKALLI**
- **Pr M. CHAOUQI**

Stage effectué à **LAFARGE Meknès**

Année Universitaire **2014 / 2015**

# 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 gratitude, tout particulièrement, à **Mr.Chaouqi** mon encadrant et professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès pour son soutien et ses conseils judicieux.

Je remercie les membres de jury , Pr J.ASSOUIK et Pr M.K.SKALLI d'avoir accepter de juger mon travail.

Enfin,mes remerciements vont également à tous ceux qui ont participé de prés ou de loin au bon déroulement de ce stage.

## Listes des figures et tableaux :

- **Figures :**

- Figure 1 : Organigramme de l'entreprise ..... 6
- Figure 2 : Chaine de transformation de calcaire et d'argile en ciment.....9
- Figure 3 : Différents types du ciment à LAFARGE Maroc.....11
- Figure 4 : La préhomogénéisation.....11
- Figure 5 : Broyeur vertical.....11
- Figure 6 : Stockage et expédition.....13
- Figure 7 : Spectroscopie de Fluorescence X .....16
- Figure 8 : Perleuse.....17
- Figure 9 : Broyeur HERZOG.....17
- Figure 10 :Pastilleuse.....17
- Figure 11 : Malaxeur.....18
- Figure 12 : Gachâge .....19
- Figure 13 : Appareil Prismètre.....19
- Figure 14 : Prélèvement de l'échantillon.....21

- **Tableaux :**

- Tableau 1 : Fiche signalétique.....5
- Tableau 2 : Compositions majeur du ciment.....8
- Tableau 3 : Résultats des analyses chimiques.....22
- Tableau 4 : Résultats des analyses de flexion et de Compression.....22

## Sommaire

<b>INTRODUCTION</b> .....	1
<b>Première partie : Présentation de LAFARGE</b> .....	2
1. PRESENTATION DE LAFARGE : .....	3
1.1 Historique de LAFARGE Maroc : .....	3
2.1 Historique de LAFARGE Meknès .....	4
3.1 Fiche signalétique.....	5
4.1 Organigramme de l'entreprise :.....	6
5.1 Les services de LAFARGE : .....	6
<b>Deuxième partie : Procédé de fabrication du ciment</b> .....	7
1. Procédé de fabrication du ciment : .....	8
1.1 Différents types du ciment : .....	9
1.2 Préparation du cru : .....	10
a. Carrière :.....	10
b. Concassage :.....	10
c. Pré homogénéisation : .....	10
d. Broyage cru :.....	11
e. Homogénéisation :.....	12
1.3 La cuisson :.....	12
a. Préchauffage :.....	12
b. Four rotatif :.....	12
c. Le refroidissement : .....	12
1.4 Broyeur à boulets : .....	13
1.5 Stockage et Expédition( Ensachage ) .....	13
a. stockage du ciment : .....	13
b.Expédition : .....	13
2. Laboratoire et Contrôle qualité : .....	14
2.1 Analyses physico-chimiques : .....	14
a.Calcimétrie : .....	14
b. Le taux d'humidité :.....	15
c. La chaux libre :.....	15
d. La perte de feu : .....	15
e. Dosage de chlorure :.....	16
f. Analyse par rayon fluorescents : .....	16
2.2 Analyses mécaniques .....	18
a. Gâchage : .....	18
b. Malaxage :.....	18
c. Moulage et conservation :.....	18
d. flexion et compression : .....	19

e. Essai de prise : .....	19
<b>Troisième partie : Optimisation du % SO<sub>3</sub> en fonction de la résistance .....</b>	<b>20</b>
1. Problématique.....	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>
1.1 Principe : .....	21
1.2 Processus de préparation de l'échantillon : .....	21
1.3 Résultats et interprétation : .....	22
a. Résultats des résultats chimiques : .....	22
b. Résultats des analyses de flexion et de compression : .....	22
1.4 Présentation graphique des résultats : .....	24
Conclusion : .....	25

## INTRODUCTION

Le Maroc a connu dans les dernières années une forte expansion de l'immobilier. Ainsi, les besoins en matériaux de construction ont été amplifiés, notamment en ciment. C'est pourquoi la cimenterie au Maroc représente une partie importante du tissu industriel national. Elle évoque un chiffre d'affaires annuel de 600 millions de dollars d'après l'association professionnelle des cimentiers (APC).

Ce présent travail a été réalisé au sein de l'Entreprise LAFARGE de Meknès. Cette entreprise a intégré des enjeux économiques dans son management, en optimisant son processus de fabrication pour produire le ciment qui est un produit de base élaboré, mais ayant pourtant un prix de vente assez faible. Il s'agit d'un procédé de fabrication très consommateur d'énergie électrique, surtout au niveau des opérations de broyage et du traitement thermique.

La notion de propriétés mécaniques est primordiale dans le cas de ciments, et nécessite d'être régulièrement optimisée suivant les ciments produits. Parmi les facteurs d'optimisation, l'ajout du sulfate de calcium sous forme de gypse semi-hydrate ( $\text{CaSO}_4, 0,5 \text{H}_2\text{O}$ ) au clinker, destiné à réguler la réactivité de l'aluminate tricalcique ( $\text{C}_3\text{A}$ ).

Il est souvent observé un optimum de résistance pour un certain taux de sulfate ajouté. On appelle cela gypsage optimum.

Notre travail est consacré à déterminer expérimentalement **l'optimum de sulfate de ciment CPJ 45** qui permet d'atteindre les meilleures résistances mécaniques aux échéances souhaitées.

Notre rapport est divisé en 3 parties dont la première partie est de présenter l'entreprise et ses différents services.

Dans la deuxième partie, on exposera la méthodologie de la fabrication du ciment ainsi que le laboratoire et le contrôle qualité.

La troisième partie renfermera la problématique étudiée.

**Première partie :**

# **Présentation de LAFARGE**

# 1.Présentation de LAFARGE

Créé en 1833, le Groupe Lafarge est aujourd'hui le leader mondial des matériaux de construction:

- N°1 mondial du Ciment et de la Toiture.
- N°2 des Granulats & Béton.
- N°3 du Plâtre.

En 2002, le groupe est formé de 77 000 collaborateurs et d'un chiffre d'affaires de 14,6 milliards d'euros. Il est présent dans 75 pays. La croissance de Lafarge a été particulièrement forte dans les pays en développement.

## 1.1.Historique de LAFARGE Maroc

En 1930, Lafarge s'implanta au Maroc, et crée la première cimenterie du pays à Casablanca .Quelques années plus tard, Lafarge se développe et créer une nouvelle cimenterie à Meknès. Entre 1982 et 1984, Groupe fait l'acquisition des deux cimenteries du Nord (Tétouan et Tanger) , une usine de plâtre à Safi , et neuf centrales de Bétons. Mais la naissance officielle de « Lafarge Maroc » a eu lieu le 01 juin 1995, lors de la signature d'une convention de partenariat entre SNI (société nationale d'investissement) et Lafarge qui aboutit à la création d'un Holding (50% Lafarge et 50%SNI), mais notons que la SNI est achetée par ONA donc (50% Lafarge et 50%ONA) .La première conséquence de ce partenariat pour l'entreprise, est de pouvoir disposer d'une structure financière forte.

Aujourd'hui, Lafarge Maroc occupe la place de leader sur le marché ainsi que l'activité essentielle de Lafarge est issue de la production de ciment (85% des ventes de l'entreprise).

Au 10 juillet 2001, c'était la pose de la première pierre de la nouvelle usine de Tétouan, qui représente l'événement majeur de Lafarge Maroc.de puis sa création, Lafarge Maroc a consacré près d'un Milliard de DH à la mise à niveau de son dispositif industriel.

En 2002, la firme s'est attaquée à l'amélioration de la sécurité de son personnel tout en élisant une nouvelle allure. L'an 2003, et émouvant les activités autres que cimentière ; Lafarge Bétons a enregistré une croissance significative de ses ventes et de ses résultats.





L'année 2004 constitue pour la société, l'un des ans les plus réussis des magnifiques réalisations que le groupe a pu accomplir partout dans le monde, car c'est au 28 Mai de même an et sous l'altesse Royal du Prince Moulay en présence de nombreuses personnalités, des dirigeants du groupe Lafarge, et ceux de l'ONA.

## 1.2. Historique de LAFARGE Meknès

La cimenterie de Meknès se trouve au Nord de la ville à proximité immédiate de Hay Soussi et loin de la route principale Meknès Fès. Dénommée CADEM (ciment Artificiels de Meknès), l'usine a démarré en 1952 avec une seule ligne de production à voie humide d'une capacité de 400 tonnes par jours, depuis, l'événement suivant se sont succédés :

- **En 1971**, extension des capacités productives avec l'installation d'un nouveau four de 650T/J.
- **En 1985**, conversion du procédé voie humide en voie sèche, tout en augmentant la capacité de production qui atteint 1500 tonnes par jours ;
- **En 1993** : démarrage d'une nouvelle ligne de cuisson ; contrat clé CADEM four avec un pré chauffeur simple, d'une capacité de 1200 tonnes par jour.

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 ; Lafarge a lancé un vaste programme d'économie qui se résume comme suit :

- Substitution combustible solide (charbon et coke de pétrole) au fuel.
- Installation d'un nouveau broyeur à ciment.
- Montage d'un filtre à manche en aval du four protéger l'environnement.
- Modification du pré calcination four pour protéger l'environnement en 2001.
- Mise en service d'un nouvel atelier de broyage en collaboration avec la société PLYSIUS avec une capacité de 100 tonnes par heure.
- **En Aout 2002**, le système de management environnemental de l'usine, et après d'une démarche d'amélioration de ses performances environnementales, a reçu sa certification ISO 14001 par le Ministère de l'industrie .

- **2003/2004** : La mise à jour de la nouvelle installation du projet d'extension du stockage et d'ensachage du ciment ; cet aménagement a été accompagné par une démarche d'automatisation et d'un système de contrôle commande; comme c'était la mise à niveau d'une installation d'incinération des pneus déchiquetés au niveau BAF ligne2.
- **2004/2005** : Lancement d'une nouvelle organisation Usine/secteur.

Annonce du développement des compétences de fabrication.

- **2008** : Démarrage d'un nouveau refroidisseur four 1.
- **2010** : Démarrage d'une nouvelle carrière OULED RAHOU.

### 1.3.Fiche signalétique

<b>Raison social</b>	: LAFARGE Ciments (Usine de Meknès)
<b>Forme juridique</b>	: Société anonyme
<b>Produits fabriqués</b>	: Ciment portland avec ajouts <b>CPJ35</b> en sac. Ciment portland avec ajouts <b>CPJ45</b> en sac et en vrac. Ciment portland avec ajouts <b>CPJ55</b> en vrac.
<b>Siège social</b>	: Km 8, route de Fès, BP : 33 Meknès ; Standard : 05-35-52-26-44/45/46, Fax : 05-35-5493 Direction usine : 05-35-54-92-93, Fax : 05-35-54-9294 Capital social : 476 430 500 DH
<b>Répartition du capital</b>	: LAFARGE 50% et ONA 50%
<b>Effectif du personnel</b>	: 280, répartis comme suit : (13 Cadre, 55 Agents de maîtrise (AGM) , 21 Ouvriers +techniciens et 191 sous-traitants)

**Tableau 1 : Fiche signalétique**

## 1.4.Organigramme de l'entreprise

Pour schématiser le liens organisationnels,on se sert d'un organigramme.

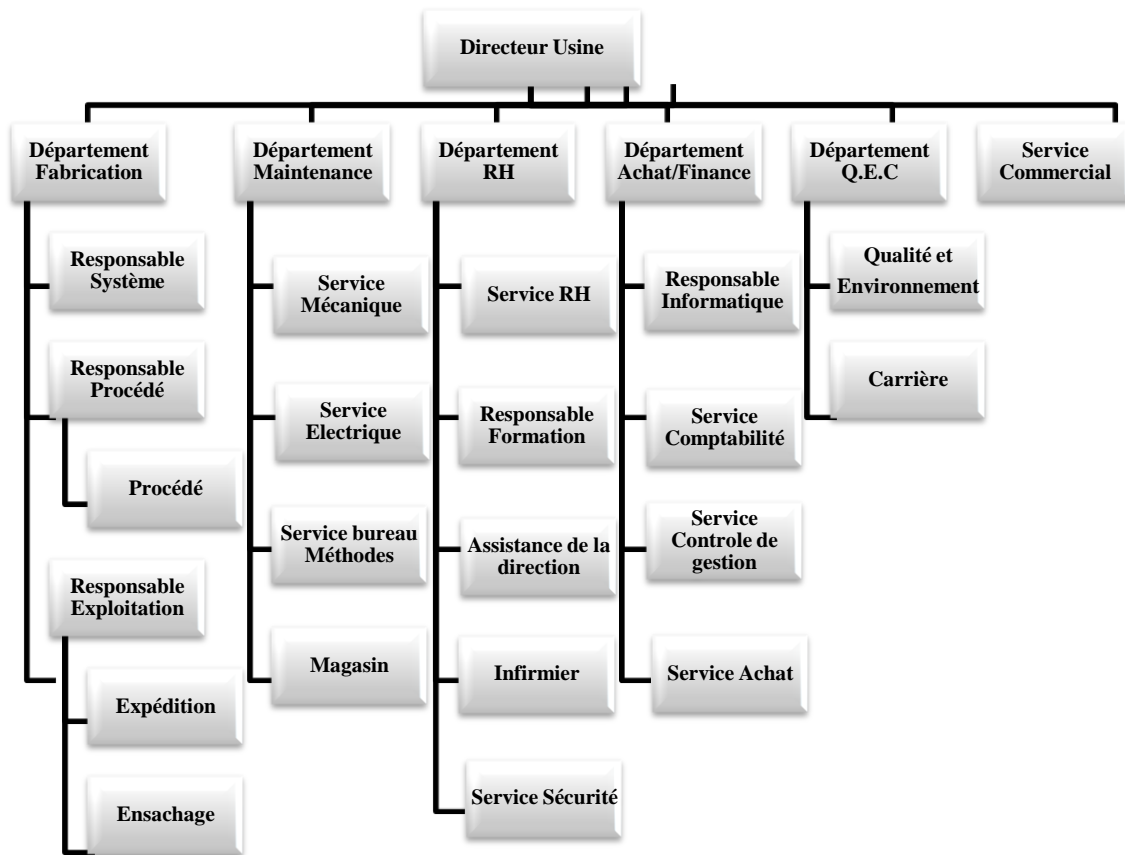


Figure 1 : Organigramme de l'entreprise

## 1.5.Les services de LAFARGE

En partant de l'extraction des matières premières jusqu'à l'obtention du produit fini, le processus defabrication nécessite l'existence de plusieurs services s'occupant chacun d'une ou plusieurs tâches.

- Service Carrière
- Service fabrication
- Service Electrique
- Service commercial
- Service stockage
- Service sécurité
- Service procédé
- Service contrôle qualité

## **Deuxième partie :**

# **Procédé de fabrication du ciment**

## 1. Procédé de fabrication du ciment

Le ciment est une matière pulvérulente, à base de silicate et d'aluminate de chaux, obtenue par cuisson, en proportions variables selon les matières premières utilisées :

- Silicate tricalcique, ou  $C_3S$  ( $3 CaO, SiO_2$ ),
- Silicate bi calcique, ou  $C_2S$  ( $2 CaO, SiO_2$ ),
- Aluminate tricalcique, ou  $C_3A$  ( $3 CaO, Al_2O_3$ ),
- Alumino ferrite tricalcique, ou  $C_4AF$  ( $4 CaO, Al_2O_3, Fe_2O_3$ ).

Les matières premières essentielles sont la roche calcaire et l'argile. Elles sont broyées et éventuellement additionnées de produits secondaires.

C'est aussi un liant hydraulique constitué d'une poudre minérale, d'aspect grisâtre, obtenue par broyage et cuisson à 1450 °C. Le produit de la cuisson appelé clinker, forme une combinaison de chaux, de silice, d'alumine et d'oxyde ferrique comme indique le tableau :

Nom	Symbole chimique	Notation Cimentière	Masse molaire
<b>Oxyde de Calcium ou chaux vive</b>	CaO	C	56
<b>Oxyde de Silice</b>	SiO <sub>2</sub>	S	60
<b>Oxyde d'Aluminium ou Alumine</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A	102
<b>Oxyde de Fer</b>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F	160

**Tableau 2 : Compositions majeur du ciment**

Le ciment résulte du broyage de clinker et de sulfate de calcium ajouté généralement sous forme de gypse. Il forme avec l'eau une pâte plastique faisant prise et durcisse progressivement, même à l'abri de l'air, notamment sous l'eau.

Les constituants anhydres, présents sous forme de cristaux polygonaux assez réguliers et homogènes combinent à l'eau et se décomposent. En s'hydratant, ils se recristallisent, prenant des formes très variées : Aiguilles, bâtonnets, prismes.



Figure 2 : Chaine de transformation de calcaire et d'argile en ciment

### 1.1. Différents types du ciment

Lafarge Maroc s'intéresse à la fabrication des trois catégories de ciments, à savoir : CPJ35 , CPJ45, CPA55.

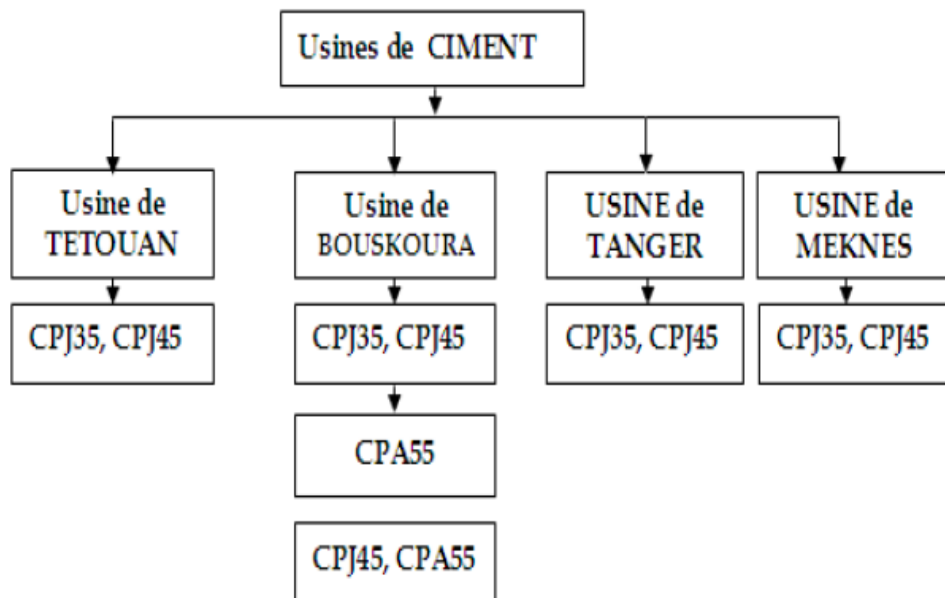


Figure 3 : Différents types du ciment à LAFARGE Maroc

- **CPJ 35** est un Ciment Portland avec Ajouts, il doit contenir un pourcentage en clinker près de 65%, le reste étant constitué d'ajouts comme le calcaire et le gypse, et il est conçu pour les constructions en béton armé.
- **CPJ 45** est un Ciment Portland avec Ajouts, il doit contenir un pourcentage en Clinker de 72%, le reste étant constitué d'ajouts comme le calcaire et le gypse, et il est utilisé pour les grands ouvrages.
- **CPJ 55** est un Ciment Portland avec Ajouts, composé principalement de clinker et de calcaire, il doit contenir un pourcentage minimum en clinker de 83%, il est utilisé dans les travaux de grande masse.

## 1.2.Préparation du cru

### a. Carrière

Elle permet l'approvisionnement des matières premières calcaire et argile, celles-ci sont extraites à 5 km de l'usine.

### b. Concassage

L'Opération de concassage a pour objectif la réduction de blocs de pierre en fragments de faible dimension ( 25mm à 40 mm) . Cette opération est assurée par un concasseur à marteaux ( FCB ) ou à mâchoire ( HAZEMAG ) , la matière sortant du concasseur est acheminée vers un hall de stockage par un convoyeur à bande.

### c. Préhomogénéisation

La Préhomogénéisation constitue un mode de stockage qui permet de construire un tas de matière pré-dosé à partir des différentes matières concassées . Son objectif principal est d'avoir un stock aussi régulier que possible à la reprise . L'usine dispose actuellement de deux préhomogénéisation polaires à chevrons, de capacité 18 000 tonnes chacun.

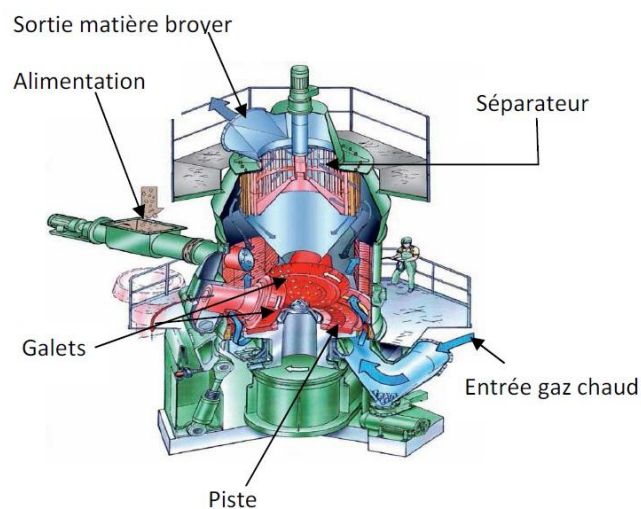


**Figure 4 : hall de la préhomogénéisation**

#### **d. Broyage cru**

Le cru est réduit en poudre ( farine ) dans deux broyeurs verticaux à trois galets. Avant le broyage de la matière , on procède souvent à des ajouts en constituants secondaires ( schiste , minerais de fer , calcaire de correction..) à travers des trémies d'entrée. La matière et les ajouts passent ensuite dans un atelier broyage dont l'objectif est d'atteindre la finesse souhaitée.

Après écrasement de la matière entre la piste et les galets , un flux de gaz chaud provenant du four assure le séchage et le transport pneumatique de la matière , un séparateur intégré à la machine permet de régler la finesse du produit final.



**Figure 5 : Broyeur vertical**



### **e. Homogénéisation**

Deux tours d'homogénéisation assurent le mélange et le stockage de la farine après broyage et avant cuisson. La farine est acheminée au silo d'homogénéisation par des aéroglesseurs. Le silo de la ligne 1 a une capacité de 8000 tonnes, alors que celle de la ligne 2 a une capacité de 7000 tonnes.

Ces deux silos assurent à la fois le stockage et l'homogénéisation de la farine. L'extraction de la farine se fait de trois points, et cela d'une manière cyclique.

## **1.3.La cuisson**

### **a. Préchauffage**

L'Opération commence par l'évaporation de l'eau que le mélange cru contient et se poursuit par la décarbonatation. Le préchauffage se fait dans une série de cyclones, disposés verticalement sur plusieurs étages, appelée « préchauffeur ».La matière froide, introduite dans la partie supérieure, se réchauffe au contact des gaz. D'étage en étage, elle arrive partiellement décarbonatée jusqu'à l'étage inférieur, à la température d'environ 800°C.

### **b. Four rotatif**

A la sortie de la tour la farine arrive dans le four où s'effectue l'étape la plus importante de sa transformation : la clinkérisation qui commence de 1200°C à 1450°C , l'alimentation en farine est située à l'extrémité opposée de la flamme.

En théorie, cette réaction s'arrête lorsqu'il n'y a plus de chaux disponible. Mais en réalité il reste toujours de la chaux non combinée (chaux libre),la matière sortant du four est le clinker.

L'usine de Meknès dispose de deux fours qui travaillent en continu.

### **c. Le refroidissement**

Il est situé à l'aval du four, c'est un refroidisseur à grilles horizontales au nombre deux à commande hydraulique. Le refroidissement est assuré par des ventilateurs .L'air produit par ces ventilateurs est insufflé sous les grilles par des chambres de soufflage.

Le refroidisseur a 3 rôles :

- Refroidir le clinker qui sort du four
- Récupérer le maximum de chaleur contenue dans le clinker
- Protéger la matière en amont

## 1.4. Broyeur à boulets

Après le refroidissement, les granules de clinker sont ensuite broyées avec addition de gypse. Cette addition a pour but de régulariser la prise du ciment, notamment de ceux qui contiennent des proportions importantes d'aluminat tricalcique. Le pourcentage du clinker permet de conférer au ciment des propriétés spécifiques correspondant aux différentes qualités du ciment (CPJ 35, CPJ 45 , CPJ 55 )

Le ciment fini est orienté vers les silos de stockage et de livraison.

## 1.5. Stockage et Expédition( Ensachage )

### a. stockage du ciment

Après sa fabrication, le ciment est acheminé, par voies pneumatiques ou mécaniques, vers des silos de stockage dont la capacité est de plusieurs milliers de tonnes.

### b. Expédition

Le ciment est expédié vers les lieux de consommation sous deux formes :

**En sac :** Les sacs contiennent généralement 25 ou 50 Kg de ciment sur lesquels est marqué la classe de résistance du ciment ( 35 ou 45 ).

**En vrac :** La livraison du ciment en vrac se fait sur des citernes. Le ciment est injecté avec l'air dans la citerne jusqu'à ce que le tonnage soit atteint.

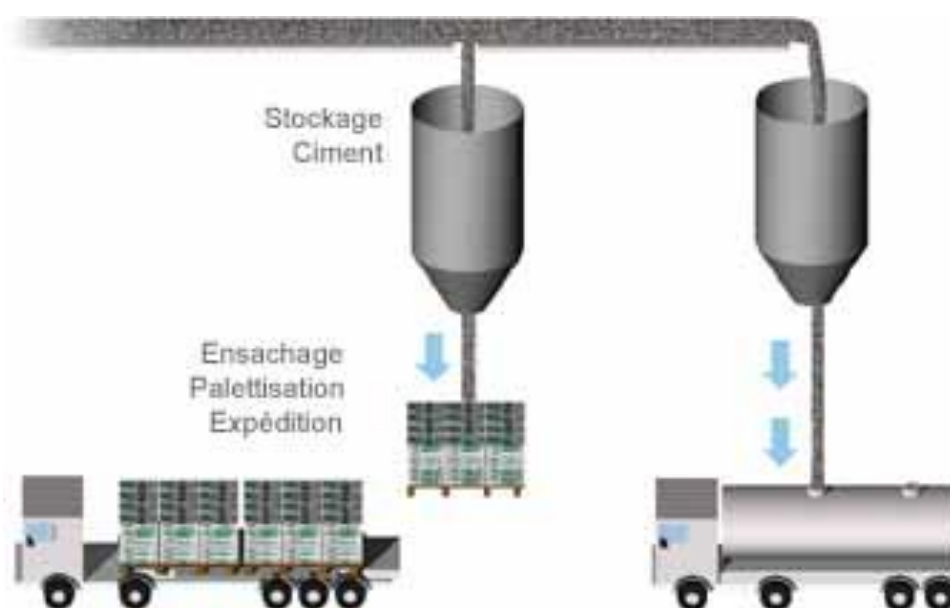


Figure 6 : Stockage et expédition

## 2 .Laboratoire et Contrôle qualité

LAFARGE CEMENTS, usine de MEKNES est dotée d'un laboratoire équipé de tous les équipements nécessaires à la réalisation des contrôles depuis la réception des matières premières jusqu'à l'expédition du produit fini et ce conformément aux normes en vigueur et aux besoins de la clientèle. Ce laboratoire est divisé en plusieurs départements, agencés de telle sorte à assurer une bonne réception, identification, et conservation des échantillons ainsi la réalisation de tous les essais.

### 2.1 Analyses physico-chimiques

#### a. Calcimétrie

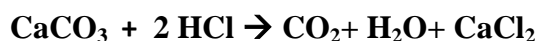
C'est un appareil utilisé pour la détermination du pourcentage de calcaire dans le ciment.

- **Description d'un Calcimètre**

Un appareil qui permet de mesurer le volume de CO<sub>2</sub> dégagé par action de l'acide chlorhydrique (HCl) sur le carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>) de l'échantillon à analyser afin de déterminer le pourcentage de calcaire contenu dans le ciment.

- **Principe**

Le pourcentage des ajouts permet de contrôler la valeur de calcaire dans le ciment. Il se fait par l'attaque d'acide chlorhydrique (à 50%) selon la réaction suivante :



En effet la quantité de CO<sub>2</sub> dégagé est emprisonnée dans le tube du calcimètre et chaque volume a un pourcentage indiquant la quantité de calcaire dans le ciment. Le CaCO<sub>3</sub> indique le carbonate de calcium présent dans l'échantillon.

Un Calcimètre est constitué de :

- une ampoule
- un tube gradué de 200 cm<sup>3</sup>
- un erlenmeyer de 100 cm<sup>3</sup>
- un petit tube en verre environ deux fois moins haut que l'erlenmeyer
- deux bouchons à 1 trou adaptés au tube gradué et à l'erlenmeyer.

## b. Le taux d'humidité

Cette analyse consiste à déterminer la quantité d'eau dans l'échantillon.

- **Mode opératoire**

On pèse une masse  $M_i$  de l'échantillon, puis on le porte à l'étuve à une température de 100 C environ 2 à 3 heure, après refroidissement de la matière, on pèse à nouveau notre échantillon  $M_f$

- **Résultat :**

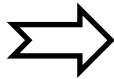
$$\%d'humidité = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100$$

## c. La chaux libre

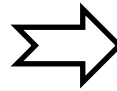
Consiste à déterminer la quantité de CaO libre qui existe dans la matière, en ajoutant une masse  $M$  de la matière à une solution de glycérol alcoolique et en place l'erlenmeyer dans un bain à sable jusqu'à l'apparition de coloration mauve, puis on dose par l'acétate d'ammonium.



*Avant le dosage*



*Dosage*



*Après le dosage*

## d. La perte de feu

Cette analyse consiste à déterminer la perte en poids de la matière (quantité de gaz  $CO_2$  dégagée).

- **Mode opératoire**

Pesé dans un creuse tare (T.C tare du creusé) une masse de 1 (plus ou moins 0,05 g( $M_i$ )) de l'échantillon.

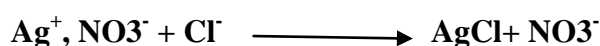
Puis on porte l'ensemble au four dont la température est de 1000 °C pendant 20 min, on pèse l'ensemble (creuse+matière) après refroidissement à l'air libre et on note la masse finale  $M_f$ .

- **Résultat :**

$$\% \text{perte au feu} = \frac{(T.C + Mi) - Mf}{Mi} \times 100$$

### e. Dosage de chlorure

Détermination de la teneur en chlorure ( $\text{Cl}^-$ ) par un titreur. Le titrage se fait par une électrode d'argent et une solution de nitrate d'argent ( $\text{Ag}^+$ ,  $\text{NO}_3^-$ ) servant à la précipitation des chlorures sous forme de chlorure d'argent selon la réaction suivante :



Ce titre est programmé pour mesurer des teneurs en ions  $\text{Cl}^-$  de l'ordre de 100 à 1000 ppm

- **Mode d'opérateur**

On pèse une masse d'environ 0,2 g de la farine chaude et environ 2g pour l'alimentation four on ajoute un peu d'eau distillée ,10ml d' $\text{HNO}_3$  50% et après on ajuste avec de l'eau distillée jusqu'à 2/3 du volume du bécher. Après, on le place dans l'appareil titreur. Le résultat est affiché automatiquement en ppm.

### f. Analyse par rayon fluorescents

Pour passer au spectromètre on doit préparer une pastille à analyser. Cette préparation consiste à broyer la matière pour l'amener à une granulométrie ultime des différents grains et obtenir une pastille prête pour l'analyse. Ils permettent l'analyse simultanée des éléments suivants :  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  et  $\text{Na}_2\text{O}$ .

C'est l'analyse qu'on a effectué pour détecter le pourcentage de  $\text{SO}_3$  .



**Figure 7 : Spectroscopie de fluorescence X**

- **Préparation de perle:**

On pèse 1g de la matière calcinée (après le calcul de la perte feu) dans un creuset du platine, après on ajoute 8 g du fondant (Tétraborate du Lithium). L'échantillon est ensuite dirigé vers un appareil appelé perleuse pour la fabrication du perle.



**Figure 8 : Perleuse**

- **Préparation de la pastille**

On pèse 15g de la matière + 2 comprimés  $\longrightarrow$  Broyage de 2,5 mins



**Figure 9 : Broyeur HERZOG**

Après le broyage, on prend 10 g de la matière ( ciment ), on la met dans la presse (au-dessous), qui est sous une pression de 200 KN pendant 40 secondes, qui va nous donner la pastille.



**Figure 10 : Pastilleuse**

## 2.2 Analyses mécaniques

### a. Gâchage

Le gâchage est une opération cruciale, qui permet de construire des éprouvettes afin de mener les essais mécaniques. Il consiste à mélanger le ciment, l'eau et le sable selon des proportions bien déterminées (malaxage) puis à remplir des moules (moulage) pour avoir des éprouvettes de dimension  $(4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3)$  qui serviront aux essais de flexion et de compression.



**Figure 11 : Malaxeur du ciment**

### b. Malaxage

Pour malaxer le ciment, il faut mettre 225g d'eau distillée et 450g de ciment conditionnés à 20°C dans le récipient du malaxeur pour ensuite mettre l'appareil en route et la faire tourner à vitesse lente pendant 90s. Une addition automatique de 1350g de sable est faite pendant les 30 dernières secondes. A la fin il faudra démonter le batteur de son axe et vider le récipient du mortier pour procéder immédiatement au moulage.

### c. Moulage et conservation

La première étape du moulage est de diviser le mortier en 6 parties afin de l'introduire dans les trois cases du moule. On introduit la première couche dans chaque compartiment du moule. On les étale à l'aide de d'une grande spatule tenue verticalement. Ensuite, on serre la première couche du mortier par 60 chocs et on introduit la seconde couche du mortier qui sera nivelée avec la petite spatule et serrée à nouveau par 60 chocs. Le moule ainsi rempli de mortier ou de pâte pure, marqué et recouvert d'un couvercle, est placé jusqu'au moment du démoulage dans un armoire humide à la température de  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ .



**Figure 12 : Gâchage**

#### **d. flexion et compression**

Les éprouvettes sont testées à différents âges : 1 jour, 2 jours, 7 jours et 28 jours. Chaque échantillon nécessite 9 éprouvettes vu que les essais mécaniques sont de type destructif. A l'âge requis, chaque éprouvette est retirée de son milieu de conservation humide, elle est brisée en deux moitiés par flexion et chaque moitié est soumise à l'essai de compression à l'aide d'une machine à compression qui affiche directement la valeur de résistance en MPa.

#### **e. Essai de prise**

Le laboratoire dispose d'un appareil prisomètre automatique lié à un ordinateur et qui a la capacité de traiter 8 moules tronconiques à la fois. L'appareil est composé principalement d'une aiguille mobile et d'un bassin d'eau distillée où sont immergés les moules tronconiques remplis de ciment. Il est muni aussi d'un cycle de refroidissement pour maintenir l'eau en une température de 20°C.

L'essai consiste à mesurer l'enfoncement de l'aiguille dans la pâte, à des positions convenablement espacées, tous les 5 min. On obtient ainsi un graphe présentant les degrés de pénétration de la pâte en fonction du temps. Le temps début de prise correspond au moment où la pâte commence à durcir. Le temps de fin de prise est mesuré depuis l'instant zéro jusqu'au moment où l'aiguille ne pénètre pour la première fois qu'à 0,5mm dans l'éprouvette.



**Figure 13 : Appareil prisomètre**



## Troisième partie:

# Optimisation du pourcentage de $\text{SO}_3$ en fonction de la résistance

## 1. Problématique

Les propriétés mécaniques des ciments hydratés nécessitent d'être optimisés suivant la nature des ciments produits. Parmi les facteurs d'optimisation, l'ajout de sulfate de calcium destiné à réguler la réactivité de l'aluminate tricalcique (C3A).

L'intérêt du sujet découle particulièrement de déterminer expérimentalement l'optimum de sulfatage de ciment CPJ45 qui permet d'atteindre les meilleures résistances mécaniques aux échéances souhaités (en particulier pour les 28 jours).

### 1.1.Principe

L'essai consiste à faire des prélèvements du ciment CPJ45 en variant le pourcentage du gypse.

Sur tous les échantillons prélevés on va faire les essais chimiques et physiques pour tracer des courbes de l'évolution de la résistance et la prise en fonction de la variation du  $\text{SO}_3$  (l'élément majeur du gypse).

Ces courbes vont nous permettre de déterminer le pourcentage optimal du gypse pour les deux paramètres.

### 1.2.Processus de préparation de l'échantillon

On commence d'abord par prélèvement d'un échantillon dans un broyeur de clinker BK5 le prélèvement est effectué manuellement d'une façon spot (non périodique).

On met 0,5 plus ou moins 1 de ciment BK5 et on le dépose dans un four à moufle pendant 35 mins ( calcination à  $950^\circ\text{C}$  ).

Ensuite on calcule le pourcentage de perte feu pour déterminer la perte du poids de la matière (quantité des gaz  $\text{CO}_2$  dégagée).

$$\%PF = \frac{m_1 - m_2}{2} \times 100$$

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



**Figure 14 : Prélèvement de l'échantillon**

### 1.3.Résultats et interprétations

#### a. Résultats des résultats chimiques :

Ce tableau représente les résultats des analyses chimiques en pourcentage massique obtenus par la fluorescence X.

Analyses chimiques ( % )														
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	SiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZnO	SrO	P,F
4,16	3,04	56,85	19,19	2,36	0,18	1,36	0,08	0,41	0,33	0,01	0,00	0,02	0,01	11,80
4,23	3,06	57,04	19,24	2,21	0,17	1,34	0,08	0,38	0,33	0,01	0,00	0,03	0,01	11,70
4,16	2,98	57,25	18,69	2,05	0,18	1,32	0,07	0,41	0,33	0,01	0,00	0,03	0,01	12,01
4,07	2,91	57,40	18,43	1,80	0,18	1,30	0,07	0,40	0,32	0,01	0,00	0,02	0,01	12,37
4,14	2,97	57,48	18,62	1,61	0,18	1,28	0,08	0,42	0,33	0,01	0,00	0,03	0,01	12,33
4,14	3,02	56,75	18,19	2,90	0,19	1,39	0,08	0,42	0,33	0,01	0,00	0,03	0,01	11,66
4,17	3,00	57,03	18,64	2,68	0,19	1,38	0,08	0,44	0,33	0,01	0,00	0,03	0,01	11,90
4,18	3,03	57,02	18,78	2,77	0,18	1,39	0,08	0,43	0,33	0,01	0,00	0,03	0,01	11,74
4,19	3,05	57,25	18,27	2,99	0,19	1,39	0,01	0,41	0,33	0,01	0,00	0,03	0,01	11,45
4,69	3,00	56,96	18,64	2,53	0,18	1,36	0,08	0,41	0,33	0,01	0,00	0,02	0,01	11,82
4,12	3,04	56,97	18,17	3,14	0,19	1,39	0,08	0,43	0,33	0,01	0,00	0,03	0,02	11,85

Tableau 3 : Résultats des analyses chimiques

#### ⇒ Interprétation :

Le tableau indique les résultats donnés par la fluorescence X , permettant l'analyse simultanée des éléments suivants : SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, MgO, SO<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O et Na<sub>2</sub>O.

On observe la variation de la teneur de SO<sub>3</sub> qui varie entre ± 3,5 selon les normes.

#### b. Résultats des analyses de flexion et de compression

Essais Mécaniques (MPa)							
Flexion				Compression			
1j	2j	7j	28j	Rc 1j	Rc 2j	Rc 7j	Rc 28j
1,70	3,20	5,10	6,40	5,05	12,82	24,25	34,17
2,10	3,20	4,70	6,90	6,90	13,65	25,95	36,30
2,00	3,60	5,10	6,30	6,45	13,60	26,30	33,45
2,00	3,50	4,90	6,50	7,15	13,35	25,65	35,98
1,80	3,20	5,20	6,60	6,05	12,18	26,00	36,30
1,70	3,30	4,70	6,40	5,35	12,63	23,15	33,77
1,50	3,10	4,30	6,00	4,80	11,90	21,70	32,17
1,50	2,50	4,30	6,20	4,40	10,75	22,75	32,55
1,50	3,10	4,20	6,70	4,50	9,90	21,95	32,80
1,50	3,10	4,80	6,30	4,95	12,48	23,40	33,10
1,40	2,30	4,10	6,20	4,25	8,68	20,15	32,02

Tableau 4 : Résultats des analyses de flexion et de Compression

⇒ **Interprétation :**

Le tableau indique les essais mécaniques d'un échantillon prélevé du broyeur de clinker 5 ,ce qui concerne les résultats obtenus on remarque que les valeurs de la compression sont faibles par rapport aux normes ( 42 Mpa ).

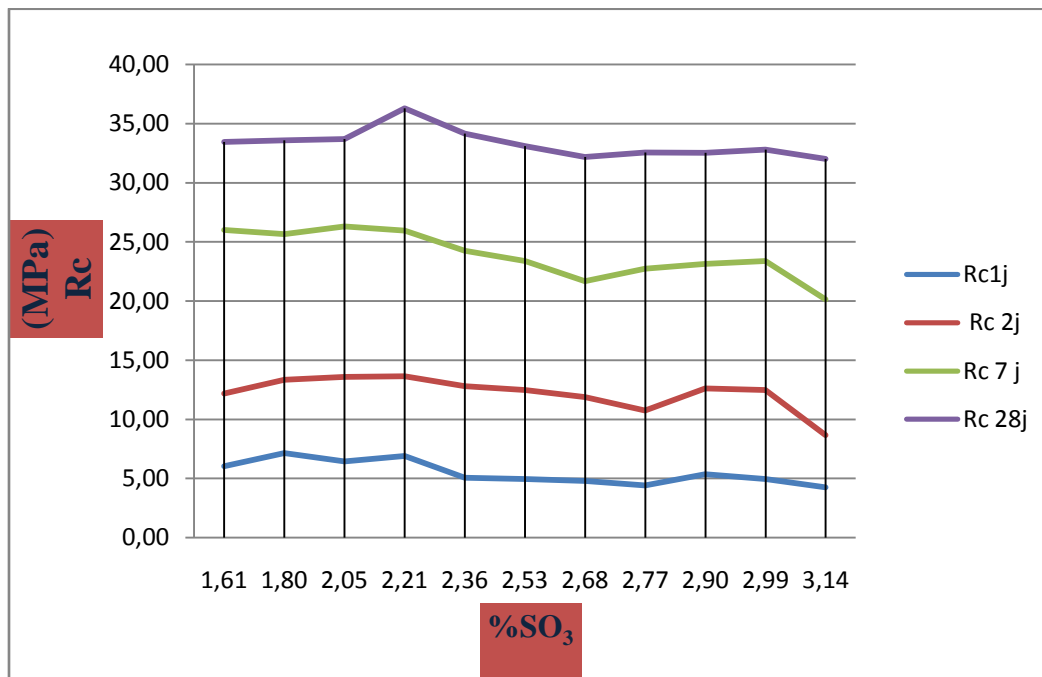
On peut dire que cela est dû à la qualité du clinker ou à un problème au niveau du four.

Ref Gachage					
	Re 1j	Re 2j	Re 7j	Re 28j	%SO <sub>3</sub>
ECH N° 13	6,05	12,18	26,00	36,30	1,61
ECH N° 9	7,15	13,35	25,65	35,98	1,80
ECH N° 6	6,45	13,60	26,30	33,45	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	33,77	2,90
Ech 23	4,95	12,48	23,40	32,80	2,99
Ech B	4,25	8,68	20,15	32,02	3,14

Ce tableau représente le pourcentage de SO<sub>3</sub> en fonction de la résistance pendant 1 jour ,2 jours, 7 jours et 28 jours .

On observe une augmentation de la résistance à long terme.

## 1.4.Présentation graphique des résultats



### ⇒ *Interprétation :*

Selon les courbes des résistances (1j, 2j, 7j, 28j) en MPa en fonction du pourcentage de SO<sub>3</sub>, on observe que :

-Les résistances au jeune âge sont faibles, donc leurs optimums ne se seront pas pris en considération.

-Les résistances normales à 28 j sont variées entre 32,03 MPa et 36,30 MPa. Celles-ci selon la norme sont conformes.

On a trouvé l'optimum :

$$\% \text{SO}_3 = 2,21 \text{ équivalent } 36,30 \text{ MPa}$$

On constate que le pourcentage du SO<sub>3</sub> qu'on doit utiliser pour avoir une prise normale et une bonne résistance (supérieur de 36,30) est 2,21%.

## Conclusion

Dans cette mission , On a travaillé sur l'optimisation du pourcentage de  $\text{SO}_3$  pour avoir de bonnes résistances précisément pour le ciment CPJ 45, nous avons au cours de cette étude déterminer le palier optimal et on a constaté que le pourcentage du  $\text{SO}_3$  qu'on doit utiliser pour avoir une prise normale et une bonne résistance (supérieur de 36,30) est 2,21 % .

Au cours de ce stage , j'ai pu mettre en application des notions que j'ai acquis durant ma formation , de les développer et aussi d'avoir de nouvelles connaissances dans le domaine contrôle qualité que j'ai essayé de mieux approcher et de formaliser dans ce rapport.