

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Optimisation du Gypse ($\text{CaSO}_4 ; 2\text{H}_2\text{O}$) dans le Ciment.

Présenté par :

◆ **EL AOUD Kenza.**

Encadré par :

- ◆ **Mr. EL AYADI Abdelaziz. (Société)**
- ◆ **Pr. BOUAYAD Abdelouahed. (FST)**

Soutenu Le 08 Juin 2018 devant le jury composé de:

- **Pr. BOUAYAD Abdelouahed.**
- **Pr. KANDRI RODI Youssef.**
- **Pr. BOUAYAD Abdessalam.**

Stage effectué à Lafarge-Holcim, Ras El Ma.

Année Universitaire 2017 / 2018

Remerciement :

Avant d'entamer mon rapport, je souhaiterais exprimer mes sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de mon projet de fin d'étude.

Tout d'abord, j'exprime toute ma profonde reconnaissance à mon encadrant, Pr. BOUAYAD Abdelouahed, pour l'honneur qu'il m'a accordé en encadrant mon travail. Je le remercie pour sa disponibilité, son écoute, ses grandes qualités pédagogiques, ainsi que pour sa rigueur scientifique, qu'il a su me communiquer pour mener au mieux ce travail.

J'aimerais adresser mes chaleureuses remerciements au jury d'avoir accepté de m'honorer par leur présence à ma soutenance, et pour leur contribution à l'évaluation de ce modeste travail.

 Pr. KANDRI RODI Youssef.

 Pr. BOUAYAD Abdessalam.

Je tiens à remercier aussi Monsieur EL AYADI Abdelaziz, qui m'a chaleureusement accueillie au sein de son service, et m'a procuré toute l'aide et le suivi nécessaire pour la réalisation de ce projet. J'exprime aussi ma sincère gratitude envers toute l'équipe du service laboratoire Lafarge-Holcim.

Je remercie ma famille, qui m'a soutenue, m'a supportée, m'a remonté le moral avec une patience infinie durant cette période ainsi que tous mes amis (es) qui ont toujours été présent pour me soutenir.

Et enfin, je tiens tout particulièrement à remercier tout le staff administratif de la FST Fès, ainsi que tous les enseignants de la filière « Génie Chimique ».

 Merci 

Liste des abréviations:

- **CIMA** : Cimenterie Maghrébine.
- **ODI** : Organisation du développement industriel.
- **CIOR** : Cimenterie de l'Orientale.
- **CPJ** : ciment Portland avec ajout.
- **EPI** : équipement de protection individuelle.
- **PAF** : perte au feu.
- **RX** : Rayon X.
- **SSB** : Surface Spécifique BLAINE.
- **P.I** : Prise Initiale.
- **P.F** : Prise Finale.
- **CK** : Clinker.

Table de figures:

Figure 1: Schéma simplifié du procédé industriel de production du ciment.....	6
Figure 2: carrière de calcaire.	7
Figure 3: Schéma simplifié d'un doseur.	8
Figure 4: Broyeur du cru.	8
Figure 5: Tour de préchauffage.	9
Figure 6: Four rotatif.	10
Figure 7: Grains de clinker.	11
Figure 8: Broyeur ciment.	12
Figure 9: livraison en sac. / Livraison en vrac.	12
Figure 10: équipements de protection individuelle.	13
Figure 11: Four à T=1000°C.	14
Figure 12: Balance/ Tamis/ Tamiseur.	15
Figure 13: acier/ surbroyeur.	16
Figure 14: Presse pastille/ Pastille.	16
Figure 15: Spectromètre à RX.	16
Figure 16: Appareil de mesure SSB/ Schéma du piston.	18
Figure 17: Mortier dans un moule tronconique/ Appareil de VICAT.	19
Figure 18: Prisemètre.	19
Figure 19: Courbe de mesure de prise.	19
Figure 20: aiguilles de LECHATÉLIER/ Bouillard.	20
Figure 21: Malaxeur/ Table à choc/ Moulage.	21
Figure 22: éprouvettes/ Chambre humide.	21
Figure 23: Appareil flexion et compression.	21
Figure 24: Prise de prélèvement.	23
Figure 25: Schéma simplifié illustrant la prise après contact du ciment contenant le gypse avec l'eau	27

Liste des tableaux:

Tableau 1: Composition et caractéristique chimique de la matière première utilisée.....	24
Tableau 2: Résultats des analyses chimiques du ciment.	25
Tableau 3: Résultat des essais physiques en fonction de la variation de SO_3	26
Tableau 4: Résultats des résistances en fonction du $\%SO_3$	27

Sommaire :

I. Présentation de l'entreprise :	2
1) Présentation HOLCIM.	
2) Présentation LAFARGE.	3
3) Fusion LAFARGE-HOLCIM.	4
II. Procédé de fabrication du ciment :	5
1) Définition du ciment :	
a- Extraction :	6
b- Concassage et pré-homogénéisation des matières premières :	7
c- Broyage et homogénéisation de la farine crue :	8
d- Production du clinker :	9
e- Broyage du ciment :	11
f- Ensachage et expédition :	12
3) Les voies de fabrication du ciment:	
III. Service contrôle qualité :	13
1) Essais chimiques :	
a- Perte au feu(PAF) :	
b- Finesse :	15
c- Analyse par fluorescence RX :	
d- Le taux d'humidité :	17
2) essais physiques :	
a- La surface spécifique BLAINE :	
b- la prise :	18
c- l'expansion :	20
3) Essai mécanique :	
a- La résistance :	

IV. Optimisation du gypse :	22
1) Expérience :	22
2) Pourquoi pas d'autres sulfates ?	
3) Objectif :	23
4) Essaie physico-chimique :	
a- Résultats chimiques :	25
b- Résultats physiques :	
c- Résultat mécanique :	27
d- Exploitation des résultats :	28

Conclusion

INTRODUCTION :

Le ciment demeure le matériau de base de chaque industrie. Durant ces dernières années, le Maroc a vécu un développement industriel important. Suite à ce développement, notre territoire national est devenu le siège de nombreux investissements industriels, plusieurs infrastructures ont vu le jour, des projets ont été inaugurés alors que d'autres sont en cours de réalisation, d'où la forte demande en ciment.

La fabrication du ciment est un procédé complexe qui exige aussi bien un savoir-faire, qu'une bonne maîtrise des différents outils et techniques qui entrent dans sa production et les contrôles rigoureux et continus de sa qualité. De ce fait, le laboratoire de contrôle qualité joue un rôle non seulement primordial mais indispensable dans l'industrie cimentière vue qu'il assure le maintien et le contrôle de la conformité du produit aux normes tout en tenant compte de l'hétérogénéité des matières premières qui sont : le calcaire, le gypse et le clinker.

Dans ce cadre, notre étude portera sur l'évaluation expérimentale de l'influence du taux de gypse sur les propriétés physico-chimiques du ciment : sa résistance à la compression et la flexion mécaniques, ainsi que le temps de prise. Et puis la recherche d'une valeur d'ajout optimum du gypse au clinker afin d'obtenir un ciment avec une meilleure résistance et un temps de prise conforme à la norme.

I Présentation de l'entreprise :

1) Présentation HOLCIM.



HOLCIM est l'un des plus grands producteurs mondiaux de ciment, son siège central se situe à Zurich. Il se répartit dans différents continents partant de l'Europe vers l'Amérique et puis l'Asie.

HOLCIM Maroc est un leader mondial dans la production du ciment. Il fut connu au début sous le nom de CIMA. Cette dernière est née d'une convention Algéro-Marocaine en septembre 1972. Suite au conflit entre le Maroc et l'Algérie, cette dernière s'est retirée et le Maroc fut donc obligé de combler la part investie par l'Algérie.

L'ODI a donc créé une nouvelle société dénommée CIOR qui a ainsi repris les actifs de CIMA.

Vu la forte demande en ciment, la création d'une cimenterie complète s'est avéré nécessaire. La première usine a été implantée à RAS EL MA. Le choix du lieu n'a jamais été aléatoire, tout au contraire, plusieurs facteurs ont été pris en compte :

- La disponibilité de la matière première en quantité et en qualité : l'usine a été implantée à proximité d'une carrière de calcaire.
- La possibilité d'alimentation en eau : deux forages ont été réalisés près de l'usine.
- La possibilité d'alimentation en énergie.
- La qualité des terrains.

Ensuite, CIOR a subi une privatisation de la part d'un groupe Suisse intitulé HOLDERBANK qui s'est emparé de plus de 50% des actionnaires alors que le reste des actifs appartient à l'état marocain. Cette dernière a été renommée HOLCIM.

N.B :

HOL : rappelle les origines du groupe « HOLDERBANK village ».

CIM : symbolise l'activité du groupe « Ciment ».

○ Historique :

- **1972** : construction de CIMA par le gouvernement marocain et l'Algérie qui se situe à LAÂYOON région d'OUJDA.
- **1974** : Conflit entre Maroc et l'Algérie.
- **1976** : création de CIOR par l'ODI.
- **1989** : installation d'un centre d'ensachage et de broyage à DEKKARAT, Fès.
- **1992** : privatisation de CIOR par un groupe suisse « Holderbank ».
- **2002** : changement de l'identité CIOR devient HOLCIM Maroc.
- **2009** : dédoublement de la capacité de production allant de 1400t/jr à 2800t/jr a l'usine de FES.
- **2016** : date de réalisation de la fusion LAFARGE-HOLCIM.

2) Présentation LAFARGE.

LAFARGE est un groupe français et leader mondial dans le secteur des matériaux de construction. Il produit principalement le ciment, les granulats, le plâtre, la chaux et le béton prêt à l'emploi. Le groupe LAFARGE a même développé des ciments spéciaux et des bétons innovants obtenant ainsi une bonne réputation à l'échelle internationale.

LAFARGE est présent dans 61 pays, il emploie environ 63000 personnes réparties sur 161 sites de production.

LAFARGE MAROC est une filiale du groupe avec une part de marché de plus de 40%. Cette filiale emploie une méthode stratégique qui repose sur la diversification des produits dans lesquels elle investit afin de répondre au besoin du marché marocain.

3) Fusion LAFARGE-HOLCIM.

En 2016, les deux groupes LAFARGE et HOLCIM, avec le même objectif de développer les produits et solutions constructives durables afin d'accompagner le développement du secteur de bâtiment et d'infrastructure, ont fusionnés pour donner naissance au groupe LAFARGE-HOLCIM. Cette fusion a permis de rassembler la part de Holcim et celle de Lafarge pour préoccuper une part dans le marché national de 54.9% plus importante que précédemment. D'un autre côté, la construction est devenue plus vite et plus durable tout en respectant les exigences des normes internationales et nationales en matière première et l'économie d'énergie.

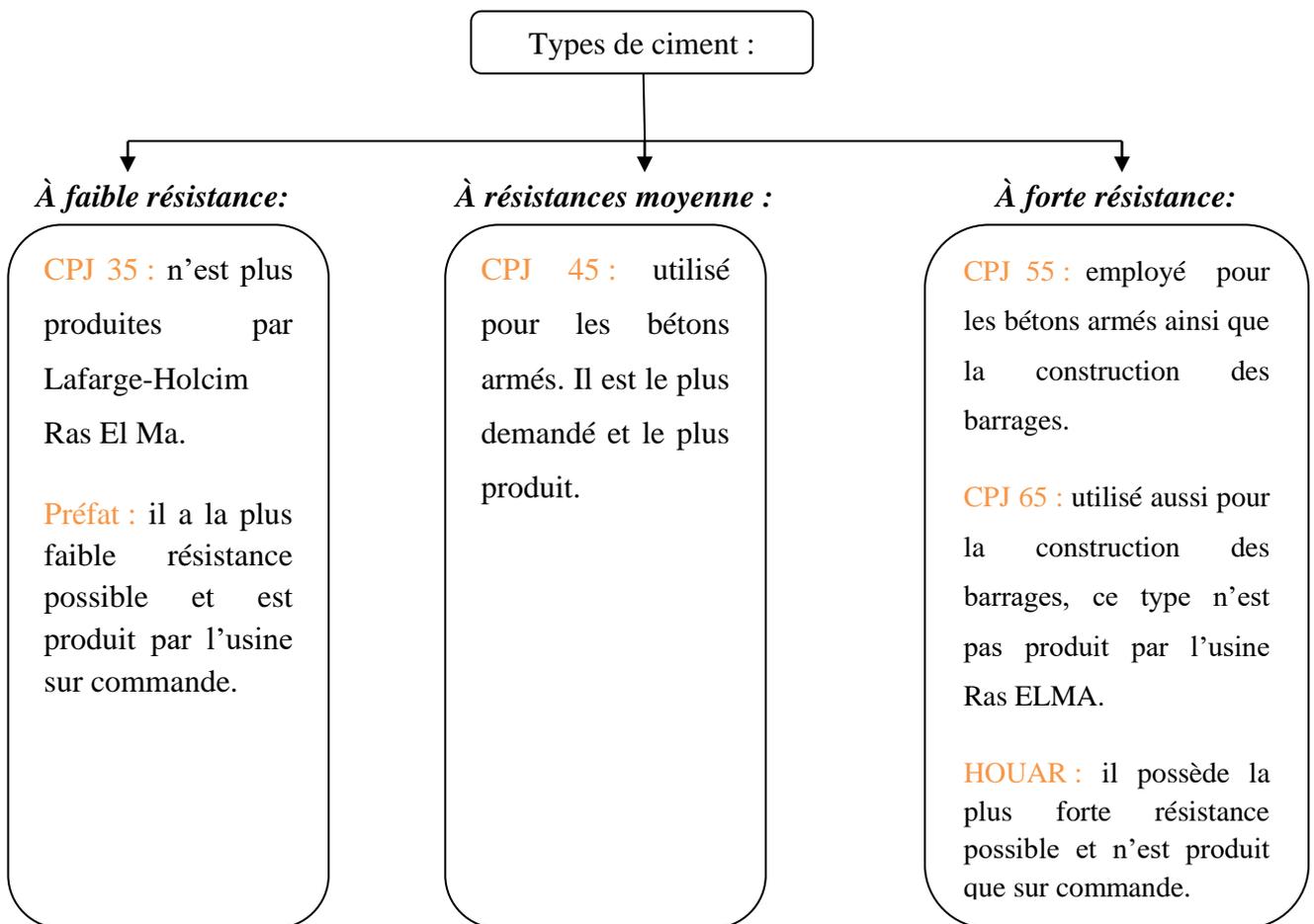
II Procédé de fabrication du ciment :

1) Définition du ciment :

Le ciment est un liant hydraulique utilisé dans différents domaines, principalement comme matériau de construction. Il est produit à travers un procédé précis et complexe.

Le ciment est fabriqué à la base d'un produit semi-fini, le clinker, de plus des ajouts tel que le calcaire, le gypse, la pouzzolane et les cendres volants dans le cas de la cimenterie de FES. Le pourcentage de ces ajouts diffère selon la classe du ciment fabriqué.

Il existe plusieurs types de ciment suivant la demande du marché ainsi que leur mode d'emploi. Ils diffèrent entre eux par leurs résistances et leurs ajouts. Ces types de ciment sont :



2) Procédé industriel :

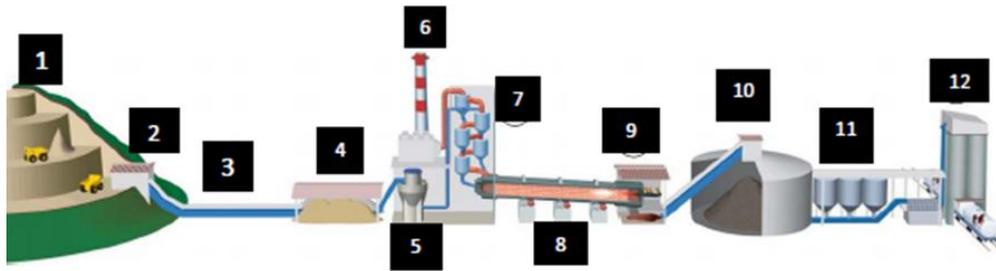


Figure 1: Schéma simplifié du procédé industriel de production du ciment.

Légende :

- | | | |
|-------------------------------------|--------------------------------|--------------------|
| 1 : carrière. | 2 : hall de stockage du mixte. | 3 : convoyeur. |
| 4 : Doseur. | 5 : Broyeur du cru. | 6 : cheminée. |
| 7 : Tour à 5 cyclones. | 8 : Four rotatif. | 9 : refroidisseur. |
| 10 : Sillon de stockage du clinker. | 11 : Broyeur à ciment. | |
| 12 : Sillon de stockage du ciment. | | |

La production du ciment s'effectue en 6 étapes sous un contrôle rigoureux à travers des analyses effectuées sur des prises d'échantillon dans chacune des étapes. Ces étapes sont :

- Extraction des matières premières.
- Concassage et pré-homogénéisation des matières premières.
- Broyage et homogénéisation de la farine crue.
- Production du clinker.
- Broyage du ciment.
- Ensachage et expédition du ciment.

a) Extraction :

Le ciment est fabriqué de quatre composants chimiques essentiels : les carbonates de calcium CaCO_3 , l'alumine Al_2O_3 , la silice SiO_2 et l'oxyde de fer Fe_2O_3 que l'on extrait respectivement du calcaire, schiste, sable et le minerai de Fer.

Comme indiqué avant, l'usine LAFARGE-HOLCIM Fès n'est pas située aléatoirement à RAS EL MA, mais plutôt c'est à cause de la richesse de cette région en calcaire et sa proximité du schiste. Quant aux sables et le minerai de fer, ils sont livrés par des fournisseurs sous des normes exigés par l'usine elle-même selon le besoin.

- Carrière de calcaire :



Figure 2: carrière de calcaire.

L'extraction du calcaire se réalise par abatage à l'explosif dans des cutines (trous) de 12m de profondeur. Cette technique permet de fragmenter d'importants volumes de roche pour la récupération et le traitement du matériel.

- Carrière de schiste :

Le schiste nous est transporté d'une carrière dans les régions de Séfrou appartenant à l'usine, il est stocké près du concasseur.

b) Concassage et pré-homogénéisation des matières premières :

- Concassage :

L'atelier de concassage est situé près de la carrière. Le concassage a pour but d'optimiser et faciliter le stockage en diminuant la granulométrie des matières premières. Le concasseur utilisé par l'usine LAFARGE-HOLCIM RAS EL MA est un concasseur à marteaux (36marteaux) et à double routeur.

Pré-homogénéisation :

Les matières concassées sont récupérées par un stacker qui permet de former le mixte : un mélange proportionnelle de 90% de calcaire et 10% du schiste, et le stocker sous forme de couches successives.

- C'est à ce niveau-là que le service contrôle qualité définit combien il faut ajouter des matières de correction au mélange : schiste, minerais de fer et sable.

- Dosage :

Cette correction s'effectue au niveau du doseur afin d'obtenir le cru pour la fabrication du clinker qui est le composant majeur du ciment.

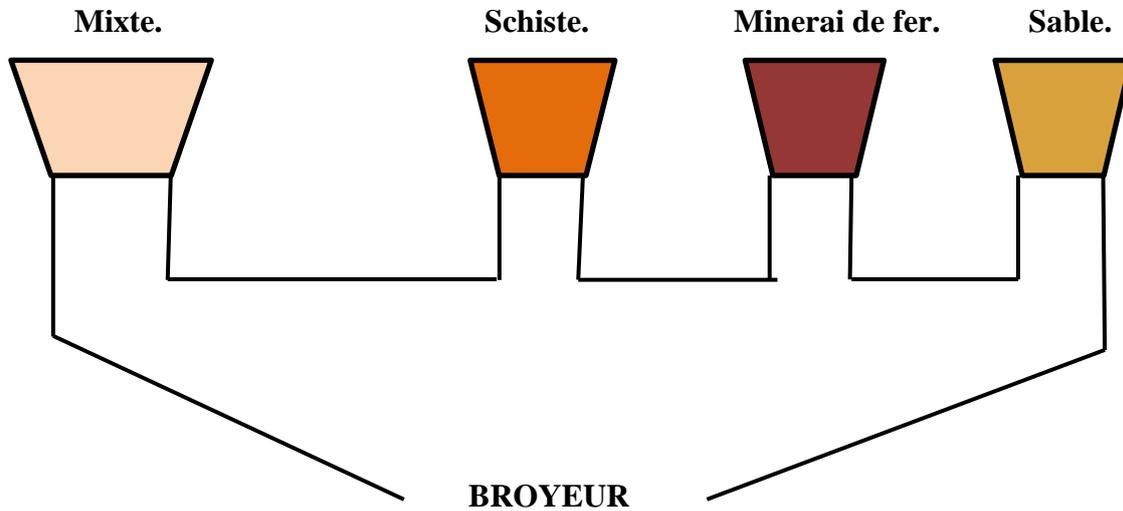


Figure 3: Schéma simplifié d'un doseur.

- c) Broyage et homogénéisation de la farine crue :

- Broyage :

Le broyage est une opération qui consiste à préparer un mélange homogène avec une bonne répartition granulométrique pour que la cuisson de la farine crue se déroule dans les meilleures conditions.



Figure 4: Broyeur du cru.

○ Homogénéisation :

La farine produite est transportée à travers des convoyeurs vers un silo de stockage dont le rôle est d'homogénéiser la farine.

Ce silo a une capacité de stockage de 6000t, et est équipé par un système de fluidisation pour le mélange de la farine crue.

d) Production du clinker :

Le clinker est un produit artificiel qu'on obtient par la cuisson de la farine crue dans un four rotatif. Cette production se fait suivant la ligne de fabrication suivante :

▪ La Tour de préchauffage à 5 cyclones :



Figure 5: Tour de préchauffage.

Dans cette étape, on réalise un séchage et un préchauffage de la farine crue ainsi que sa pré-calcination.

Les gaz chauds formés lors de la cuisson dans le four sont aspirés par un ventilateur et traversent la tour de bas vers le haut alors que la farine crue est introduite dedans du haut et par gravité passe dans les cyclones successives. Par transfert de chaleur, on obtient au pied de la tour une farine chaude déshydraté avec une température d'environ $T=1000^{\circ}\text{C}$ et une pré-calcination (décarbonatation) de la farine crue soit 85 à 90% suivant la réaction suivante :



▪ **Le four rotatif :**



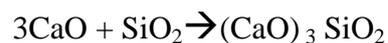
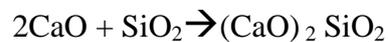
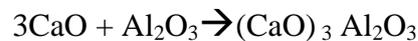
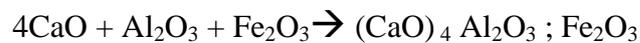
Figure 6: Four rotatif.

Le four joue le rôle d'un réacteur en forme de tube rotatif de 63 m de longueur, 4m de diamètre et une inclinaison estimée à 10%. Sa vitesse de rotation est de 5 tours/min.

Le chauffage est assuré par une flamme placée à l'extrémité du four avec le charbon comme combustible principale et les grignons d'olives et les huiles comme combustibles alternatifs. Le four peut atteindre une température de $T=1450^{\circ}\text{C}$.

Théoriquement, on le répartit en 3 zones :

- ✚ **Une zone de transition :** elle correspond à l'entrée du four. C'est à ce niveau-là que la matière passe à la phase liquide. On l'appelle aussi zone de décarbonation.
- ✚ **Une zone de cuisson :** c'est la zone la plus importante et la plus chaude du four ($T= 1450^{\circ}\text{C}$), la matière se trouve à la phase visqueuse. Cette zone-là est le siège de plusieurs réactions qui permettent une combinaison de minéraux :



Pour simplifier l'écriture on symbolise CaO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SiO_2 respectivement par C, A, F, S.

Exemple : $(\text{CaO})_3 \text{Al}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons \text{C}_3\text{A}$.

- ✚ **Une zone de clinkerisation :** La matière passe à la phase solide, les cristaux issus de la zone de cuisson poursuivent leurs chemins en grossissant et en granulant formant ainsi le clinker grâce à l'inclinaison et la rotation du four.



Figure 7: Grains de clinker.

- **Refroidisseur à clinker :**

Le clinker sortant du four passe sur la grille vibrante du refroidisseur où il est refroidi rapidement par un air froid soufflé du bas de la grille. Ce processus nous permet de récupérer la chaleur issue du clinker. L'air chaud généré est introduit ensuite dans le four pour aider à la combustion. Le refroidissement effectué a pour but de baisser la température du clinker afin de faciliter sa manutention et son stockage.

- e) **Broyage du ciment :**

Le clinker produit est introduit dans un doseur de plus des ajouts. Ces derniers seront mélangés par des proportions précises dans un doseur et passeront ensuite au broyeur.

Le broyeur utilisé est du même type que celui du broyage de la farine crue. Il produit environ 2800 t/jr.



Figure 8: Broyeur ciment.

f) Ensachage et expédition :

Le ciment produit est stocké dans des silos qui alimentent par la suite les ateliers d'ensachage pour les livraisons en sac ou le dispositif de chargement pour les livraisons en vrac.



Figure 9: livraison en sac. / Livraison en vrac.

3) Les voies de fabrication du ciment:

Il existe 4 principales voies de fabrication du ciment : la voie humide, semi-humide, semi-sèche et sèche. Cette dernière est celle adoptée par LAFARGE-HOLCIM.

La voie sèche diffère des autres par la nature du traitement thermique. Elle est aussi la plus économique, la plus rentable et la plus optimale de point de vue énergétique.

La matière première, une fois concassée, broyée, homogénéisée est chauffée à travers des cyclons avant qu'elle pénètre le four. À l'entrée du four rotatif, la farine séchée est sous une température variant entre $T=900$ et 1000°C .

III Service contrôle qualité :

L'objectif du service contrôle qualité est d'analyser et de contrôler de façon permanente 7jr/7jr et 24h/24h, à travers plusieurs essais la production du ciment depuis la carrière jusqu'à l'ensachage.

Les résultats de ces contrôles seront utilisés pour corriger les consignes des doseurs. Ils seront rectifiés automatiquement depuis la salle de contrôle afin de vérifier la conformité de réalisation de la production.

Il faut préciser que tous ces contrôles doivent se dérouler en toute sécurité primordialement, et avec précision. Le port des EPIs est indispensable, de plus, pour quelques étapes certains équipements spéciaux s'ajoutent.

Ces EPI sont :



Figure 10: équipements de protection individuelle.

1) Essais chimiques :

a) Perte au feu(PAF) :

But : détermination des espèces volatiles et le suivi thermique de la matière dans le procédé, elle est réalisée dans un four à $T=1000^{\circ}\text{C}$ pour une durée minimale de 20 min.

Mode opératoire : on a pesé le poids du creuset puis on a pesé environ 1g de l'échantillon sur une balance analytique, on l'a placé au four à $T=1000^{\circ}\text{C}$ pendant 20 min, puis on l'a laissé refroidir et par la suite on a pesé la masse finale.

Le calcul de la PAF est donné par la relation suivante :

$$\text{PAF \%} = ((m_c + m) - m_f) \times 100 / m$$

Avec : m_c : poids du creusé en platine vide.

m : poids de l'échantillon.

m_f : poids final après sortie du four.



Figure 11: Four à T=1000°C.

Côté sécurité : Il faut noter que durant cet essai, on a affaire à plusieurs risques ce qui nous amène à tenir compte des mesures nécessaires pour les maîtriser.

Risques	Maitrises du risque
-Risque d'évacuations des quantités importantes de chaleurs, gaz et vapeurs nocifs.	-Maintenir la porte du four fermée.
-Risque d'incendie, forte fumée et odeur suite à une volatilisation.	-S'assurer de ne rien poser sur le four pour empêcher les échanges thermiques
-Risque de brûlure.	-Maintenir la distance de sécurité et port des gants adaptés à la fonction réalisée.

a) Finesse :

But : détermination de la granulométrie des échantillons par différence de pression afin d'assurer le suivi du fonctionnement du broyeur et du séparateur. Ainsi, on pourra minimiser le cout de l'énergie du broyage. Cet essai se fait pour la farine cru, le clinker et le ciment.

Mode opératoire : On a pesé 10 g de l'échantillon à l'aide d'une balance analytique puis on l'a mis dans un tamiseur de 45 µm après 3 min on pèse sa masse. On met le reste dans un tamiseur de 90 µm et on reproduit la même chose.

Le calcul du taux de refus est donné par la relation suivante :

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

Avec : m_1 : poids initial.

m_2 : poids final.

Equipements :



Figure 12: Balance/ Tamis/ Tamiseur.

b) Analyse par fluorescence RX :

But : détermination des constituants de l'échantillon analysé afin d'assurer la rectification des consignes du doseur ainsi que la conformité du produit durant tout le procédé. On fait passer l'échantillon sous rayon X.

Mode opératoire : On prend une quantité de 20 g de l'échantillon qu'on met dans un acier pour le surbroyage. On le fait passer ensuite dans un surbroyeur avec précaution. Après 3min, on récupère la matière et on la met dans une presse pastille. La pastille formée sera dirigée vers la salle du rayon X pour la faire passer dedans afin d'analyser les compositions de la matière.

Equipements :



Figure 13: acier/ surbroyeur.



Figure 14: Presse pastille/ Pastille.



Figure 15: Spectromètre à RX.

Côté sécurité :

Risques	Maitrises du risque
-Risque d'auto-inflammation (poussière explosive) lors du broyage de la matière.	-Vérifier la fermeture du couvercle de l'assiette avant de la placer dans le dispositif
-Risque de surchauffe des pièces du surbroyeur.	-Ne pas utiliser le surbroyeur à plusieurs reprises sans arrêt

c) Le taux d'humidité :

But : détermination du pourcentage d'eau contenue dans la matière en pesant la quantité de matière avant et après séchage dans l'étuve.

Le calcul du taux d'humidité est réalisé par la relation suivante :

$$\text{Taux d'humidité \% : } (m_1 - m_2) \times 100 / m_1$$

Avec : m_1 : masse de l'échantillon avant séchage.

m_2 : masse de l'échantillon après séchage.

2) essais physiques :

a) La surface spécifique BLAINE :

But : détermination de la qualité de broyage du ciment.

Si la $SSB > 4000$: le broyage est bien fait, donc on aura une bonne finesse.

Si $SSB < 4000$: Le broyage est mal fait, les grains seront grossier, donc la finesse ne sera pas conforme à la norme.

Mode opératoire : Dans la cellule de l'appareil on met la masse indiquée pesée par une balance analytique et on attend le résultat. Le principe de l'appareil repose sur le temps que fera l'air pour traverser le ciment.

Le calcul de la SSB est réalisé par la relation suivante :

$$SSB = K \times \sqrt{t}$$

Si le temps augmente, les grains sont bien broyés et fins, la surface spécifique augmente aussi.

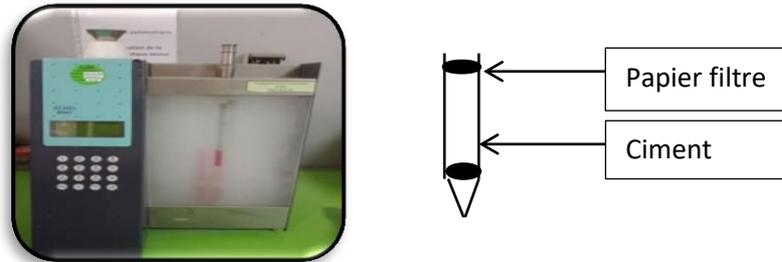


Figure 16: Appareil de mesure SSB/ Schéma du piston.

b) la prise :

But: détermination du temps de prise initial et final, c'est-à-dire détermination du temps pour lequel le ciment commence à durcir (P.I) et celui de son durcissement complet (P.F).

Cette opération ne peut être effectuée que sur un mortier avec une consistance entre 4 et 7. Elle se réalise en deux étapes. Pour une première étape elle s'effectue dans un appareil de Vicat afin de déterminer la consistance. Une fois on obtient le mortier à la consistance voulue, on passe au prisemètre. C'est dans cette étape-là, qu'on détermine la prise initiale et finale.

Mode opératoire : la réalisation de cet essai se fait en deux étapes :

Etape 1 : mesure de la consistance.

On prépare un mortier, en mélangeant dans un malaxeur 500g de ciment étudié et une valeur d'eau de gâchage aléatoire. On met le mortier dans un moule tronconique puis on mesure la consistance à l'aide d'un piston gradué appelé appareil de VICAT. Ce dernier tombe par chute libre verticalement sur le mortier et indique sa valeur. On recommence la même opération jusqu'à trouver la valeur d'eau de gâchage convenable pour la consistance souhaitée.

Si < 4 : Il faut diminuer la quantité d'eau.

Si > 7 : Il faut ajouter plus d'eau.



Figure 17: Mortier dans un moule tronconique/ Appareil de VICAT.

Etape 2 : détermination de la prise.

On prend le même mortier préparé et on le met dans un prisemètre. On la règle de telle façon à ce qu'on aura une immersion de l'aiguille dans le ciment par chute libre chaque 10 min.

A la fin nous obtiendrons une sorte de courbe qui permettra de déterminer le temps de prise initiale, qui doit dépasser les 90 min, en multipliant le nombre de lignes semblables par 10, et le temps de prise finale en multipliant le total des lignes par 10.



Figure 18: Prisemètre.

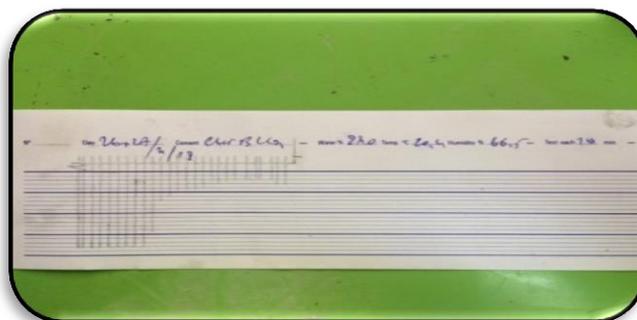


Figure 19: Courbe de mesure de prise.

c) l'expansion :

But : Mesurer la déformation de l'échantillon et s'assurer que le ciment ne contient pas des substances susceptibles de provoquer le gonflement du ciment principalement la chaux libre.

On la mesure à l'aide des aiguilles de Le Chatelier on calculant leur ouverture après durcissement du ciment.

Mode opératoire : On travaille toujours avec le même mortier, on le met dans les aiguilles de Le Chatelier puis on les place sous un poids de 70g, après durcissement on les met dans un bouillard à $T=100^{\circ}\text{C}$ on les récupère ensuite et mesure l'écart des aiguilles après séchage.

Equipements :

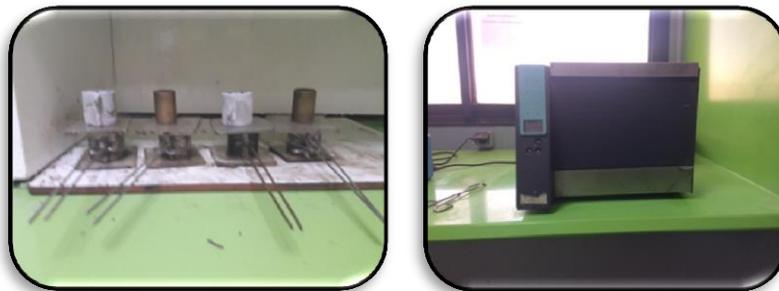


Figure 20: aiguilles de LECHATelier/ Bouillard.

3) Essai mécanique :

a) La résistance :

But : détermination de la résistance du ciment à la flexion et à la compression.

Mode opératoire : à $T=20^{\circ}\text{C}$, on prépare un mortier en mélangeant 450g de ciment étudié, 225g d'eau de gâchage et 1 kg de sable normalisé à l'aide d'un malaxeur. On les place dans un moule de 3 colonnes $4*4*12$ l'une pour 2 jrs, 7jrs, 28jrs, puis on les place dans la table à choc. Après on les laisse 24H à l'air libre. On récupère les éprouvettes, ensuite, on les met dans une chambre humide avec un taux d'humidité supérieur à 95%. À la fin, on mesure leur résistance en MPa.

- Flexion : Rupture sur le mortier tout en affichant la force supportée en MPa.
- Compression: Fissure sur la face latérale du mortier, l'appareil à presse indique ensuite la pression à laquelle le mortier a résisté.

N.B : Cet essai s'étale sur :

2 jours : détermination de la résistance à court terme pour la correction.

7 jours : détermination de la résistance à moyenne terme pour observer l'évolution.

28 jours : détermination de la résistance à lent terme pour la résistance finale.

Equipements :



Figure 21: Malaxeur/ Table à choc/ Moulage.



Figure 22: éprouvettes/ Chambre humide.



Figure 23: Appareil flexion et compression.

IV Optimisation du gypse :

1) Expérience :

Pour déterminer le rôle du gypse, nous avons pensé à travailler avec un ciment de type CPJ45 sans gypse. On a remarqué que ce ciment a durcis rapidement ce qui est non souhaité et non conforme à la norme. Les C_3A , contenus dans le ciment, par contact avec l'eau se dissout et dégagent une forte quantité de chaleur ce qui a causé la prise rapide remarquée :



Il faut noter que la norme en vigueur exige que le temps de prise initiale doit être supérieur à 90min en respectant le rapport du mortier $E/C = 0.5$ (avec E : est l'eau de gâchage et C : est le ciment).

L'expérience montre que pour obtenir un mortier qui reste maniable pendant ses premiers instants après le gâchage, il faut que l'hydratation du C_3A soit modifiée par un régulateur de prise.

Le gypse ($CaSO_4 ; 2 H_2O$) est un sulfate dihydraté qui enveloppe les C_3A en retardant ainsi la prise. Le gypse est donc un retardateur de prise. Sauf qu'à chaque ajout du gypse, une diminution de taux de calcaire s'impose, par conséquent la résistance varie. La résistance est l'une des caractéristiques importantes à contrôler dans le ciment.

Le rôle du gypse reste primordial. Vu son intérêt, nous avons décidé d'étudier son influence sur un ciment de type CPJ45. Nous sommes amenés à varier le taux des sulfates dans le ciment et cela en jouant sur le pourcentage d'ajout du gypse dans le ciment depuis la salle de contrôle, partant d'une valeur minimum à une valeur maximum, et observer son impact sur l'évolution de la prise et de la résistance dans le ciment.

2) Pourquoi pas d'autres sulfates ?

L'utilisation du gypse comme retardateur de prise n'a jamais été aléatoire, tout au contraire, elle a tenu compte de plusieurs raisons :

- ✓ Parmi les sulfates, le gypse est le moins coûteux.
- ✓ Il est facile à broyer, donc il y aura une conservation d'énergie.

- ✓ Il n'est pas corrosif, préservation des parties métalliques des dispositifs de dosage et de stockage.
- ✓ Il ne modifie pas la teinte du ciment.

3) Objectif :

L'optimisation du taux de gypse a pour objectif de :

- ❖ Augmenter les performances mécaniques du ciment 2j, 7j, et 28j.
- ❖ Optimiser le cout de revient du ciment.

4) Essaie physico-chimique :

L'essai consiste à effectuer des prélèvements du ciment CPJ45 en variant le pourcentage du gypse de 2% à 12% et en fixant le pourcentage du clinker à 63%.



Figure 24: Prise de prélèvement.

Mode opératoire : On a fait 8 prélèvements pour chaque pourcentage de gypse variés. Sur tous les échantillons prélevés on a pratiqué des analyses et des essaies physico-chimiques afin de tracer les courbes de l'évolution de la résistance et de prise initiale en fonction de la variation de SO_3 . Ces courbes permettent de déterminer l'optimum de SO_3 pour déterminer le taux optimal du gypse avec un temps de prise convenable et une bonne performance mécanique sans modification des caractéristiques chimiques.

o **Matières premières :**

***Calcaire :** roche sédimentaire composé principalement de CaCO_3 . Les carbonates de calciums lorsqu'ils atteignent $T=850^\circ\text{C}$ par dissociation forme de la chaux dans le ciment. De ce fait, le calcaire influence sur la résistance et l'expansion. Le calcaire utilisé provient du deuxième gradin.

***Clinker :** roche constituée à partir du cru qui est le constituant principale du ciment. C'est la matière la plus cher durant toute la fabrication du ciment. Si on utilise un clinker non cuit, il va influencer la qualité du ciment notamment la résistance.

***Gypse :** minéral sédimentaire très répondu, composé de sulfates de calcium dihydraté « $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ », on l'ajoute au clinker durant le broyage du ciment. C'est un retardateur de prise.

On a effectué les essais sur un ciment de type CPJ45 constitué de la recette suivante :

Tableau 1: Composition et caractéristique chimique de la matière première utilisée.

	CALCAIRE	GYPSE	CLINCKER
PAF	42.52	20.24	0.4
Humidité	3.85	4.94	---
SiO₂	2.13	11.46	20.86
Al₂O₃	1.90	2.24	5.07
MgO	0.64	2.22	0.97
SO₃	0.88	36.03	1.18
Fe₂O₃	2.43	1.69	3.36
CaO	52.79	33.68	66.59
K₂O	0.29	0.41	0.92
Na₂O	0.07	0.14	0.12

N.B :

Ce tableau servira comme référence sur la recette du ciment utilisé. La valeur optimum du gypse qu'on obtiendra sera pour un ciment de cette composition.

a) Résultats chimiques :

Le tableau suivant va traiter l'ensemble des résultats obtenus durant les essais chimiques :

Tableau 2: Résultats des analyses chimiques du ciment.

	2%Gyp	4%Gyp	5.5%Gyp	6%Gyp	7.4%Gyp	8%Gyp	9%Gyp	12%Gyp
PAF	14.73	14.90	14.55	14.68	14.70	14.73	14.12	13.98
45 μm	8.2	8.26	7.5	8.4	7.10	7.6	8.01	8.00
90 μm	0.33	0.45	0.12	0.25	0.21	0.25	0.21	0.31
MgO	0.76	0.74	0.78	0.75	0.80	0.78	0.76	0.78
SO ₃	1.66	2.44	2.51	2.69	2.92	3.26	3.50	3.85
SiO ₂	13.59	13.34	13.12	13.17	13.44	13.28	13.91	13.63
Al ₂ O ₃	2.95	3.13	3.13	3.30	3.18	3.11	3.06	3.28
Fe ₂ O ₃	2.68	2.53	2.92	3.11	2.55	2.51	2.74	3.02
CaO	65.11	64.70	64.66	64.02	64.26	64.50	64.96	63.67
K ₂ O	0.80	0.78	0.79	0.80	0.76	0.79	0.77	0.78
Na ₂ O	0.08	0.09	0.07	0.06	0.08	0.08	0.06	0.09

Interprétation :

Les résultats des essais chimiques montrent que L'ajout du gypse ne modifie pas les caractéristiques chimiques du ciment. Cela se reflète par la stabilité de la perte au feu et la finesse.

Ce qui change considérablement est le taux des sulfites (SO₃), on remarque que pour chaque élévation du taux de gypse, le pourcentage en SO₃ augmente. Il faut noter qu'on rencontre les sulfites dans le clinker et le calcaire aussi, mais à très faible quantité. Vu que le SO₃ est majoritaire dans le gypse, c'est ce dernier qui est le responsable sur sa variation.

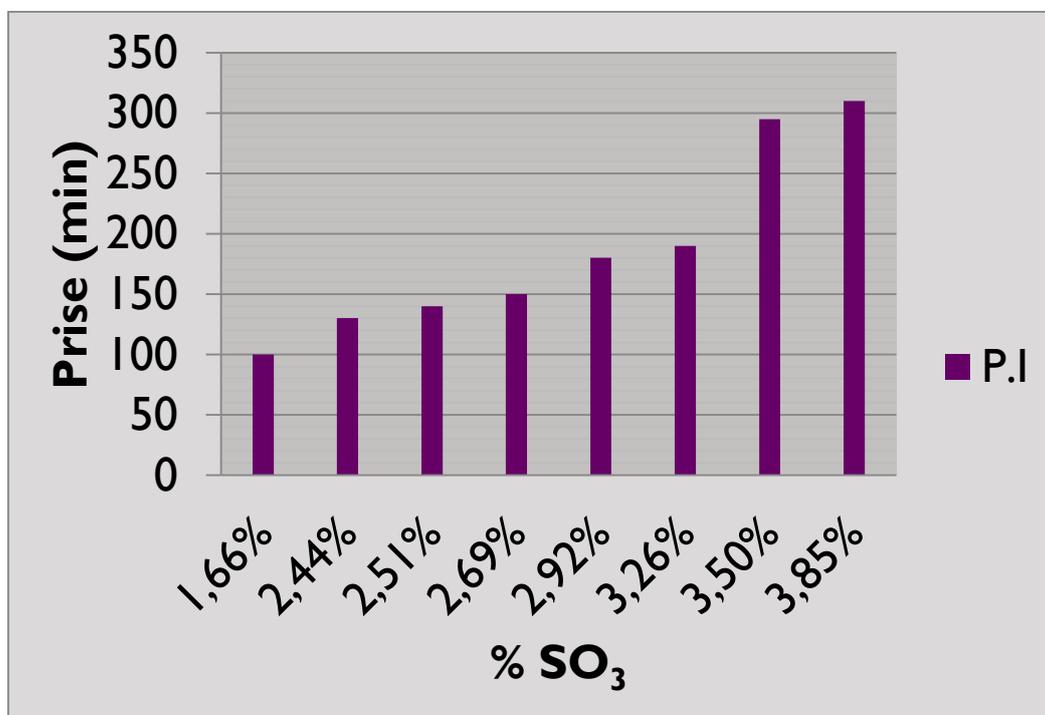
b) Résultats physiques :

Ce tableau va traiter l'ensemble des résultats obtenus durant les essais physiques :

Tableau 3: Résultat des essais physiques en fonction de la variation de SO₃

% Gypse	2%	4%	5.5%	6%	7.4%	8%	9%	12%
% SO₃	1.66	2.44	2.51	2.69	2.92	3.26	3.50	3.85
SSB (m ² /g)	4825	4962	4793	4850	4850		4763	4540
EG(g)	28.6	27.8	27.3	27	26.5	26.2	25.4	25
P.I (min)	100	130	140	150	180	190	295	310
P.F (min)	175	245	250	260	300	310	315	330
Expansion	1	1	1	1	1	1	1	1

On va se focaliser sur l'évolution du temps de prise initiale et finale en fonction de SO₃ qui est l'indicateur du gypse et le responsable du retard de durcissement. Le graphe ci-dessous représente ceci :



Histogramme de l'évolution de la prise initiale et finale (en min) en fonction du pourcentage en SO₃

Interprétation :

On remarque qu'à chaque fois qu'on augmente le taux de SO₃ (le taux du gypse) le temps de prise augmente aussi. Cela revient sur le fait que SO₃ forme une pellicule autour de C₃A donc l'hydratation de ce dernier prend encore plus de temps. Du coup, le durcissement est retardé.



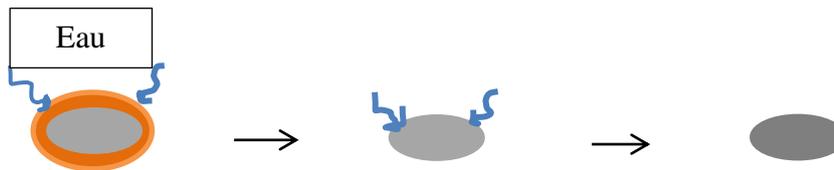


Figure 25: Schéma simplifié illustrant la prise après contact du ciment contenant le gypse avec de l'eau

 : Pellicule de SO_3 formée provenant principalement du gypse, autour des C_3A contenus dans le ciment.

 : C_3A avant contact avec l'eau.

 : C_3A durcis rapidement après contact avec l'eau parce que sa réaction d'hydratation est fortement exothermique.

c) Résultat mécanique :

Le tableau suivant représente l'évolution de la résistance en fonction du pourcentage en SO_3 :

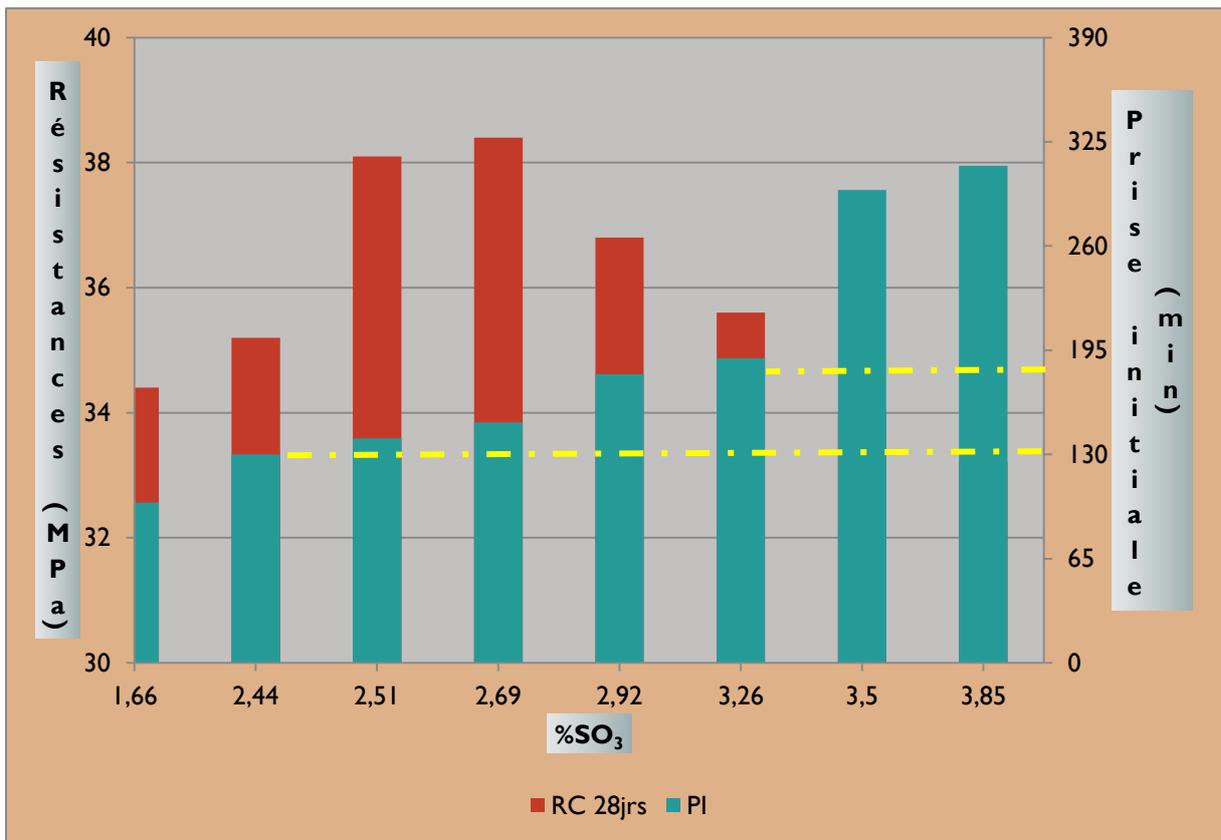
Tableau 4: Résultats des résistances en fonction du $\% \text{SO}_3$

% SO_3	%Gypse	2 Jours (MPa)		7 Jours (MPa)		28 Jours (MPa)	
		flexion	compression	flexion	compression	flexion	Compression
1.66	2%	2.6	15.9	4.5	27.75	5,6	34,4
2.44	4%	2.4	17	4.7	26.2	5,8	35,2
2.51	5.5	2.8	18.3	5	28.6	5,9	38,1
2.69	6	2.7	18.85	5.1	28.85	6	38,4
2.92	7.4	2.5	17.1	4.6	26.5	5,7	36,8
3.26	8	2.3	16.5	4.7	26.3	5,65	35,4
3.50	9	2.4	15.9	4.3	24.85	5,5	34
3.85	12	2.2	14.2	4.5	24.4	5,4	33,2

Interprétation :

On ne tient pas compte de la flexion comme critère sur la résistance parce qu'elle n'est pas normalisée. Donc, ce qui nous importe ici est la relation entre la variation des sulfites et l'évolution de la résistance. On observe que la résistance augmente au début, mais quand elle atteint son maximum à une valeur de 2.69% en SO_3 elle décroît.

d) Exploitation des résultats :



Histogramme de la résistance à la compression à 28j et le temps de prise initiale du ciment en fonction du %SO₃

Interprétation :

Cet histogramme regroupe les résultats des essais de la résistance à la compression des éprouvettes à 28 jours et le temps de prise initiale en fonction du taux de SO₃ dans le ciment CPJ45.

Comme remarqué précédemment, la résistance finale atteint son maximum à 2.69%. Cependant le palier pour avoir une bonne résistance peut donc varier entre 2.51% et 2.92% de sulfites. En ce qui concerne le temps de prise initiale, pour répondre à la conformité des normes, il doit être entre 130 min et 175 min correspondant à un taux de sulfite variant entre 2.44% et 3.26%

CONCLUSION :

En conclusion, le taux de gypse ajouté au clinker ait une caractéristique significative influençant les propriétés physico-chimiques du ciment et les résistances mécaniques.

En effet pour produire un bon ciment à valeur optimale du gypse, il faut répondre aux exigences suivantes :

- Chimiquement : Il doit y avoir une conservation des caractéristiques chimiques. L'ajout du gypse ne doit modifier que la composition chimique du ciment en taux de SO_3 .
- Performance Physique : Un temps de prise entre 130min et 175 min correspondant à une valeur de gypse entre 4% et 7%.
- Performance Mécanique : Une bonne résistance correspondante à une valeur de gypse entre 5,5% et 7,4%

⇒ Donc la valeur optimale du gypse doit varier entre 5.5% et 7%.

Mon séjour dans l'entreprise m'a offert une bonne expérience enrichissante aussi bien sur le plan pratique et théorique que sur le plan relationnel et développement personnel. Il m'a permis de mettre en application mes connaissances théoriques acquises durant ma formation à la FST ainsi qu'une confrontation réelle avec le monde du travail.