

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Effet de SO_3 sur la Résistance Mécanique du Ciment (CPJ45)

Présenté par :

◆ BOUHADINI Aya

Encadré par :

◆ Mr M.MABROUK (Société)

◆ Pr A.MELIANI (FST)

Soutenu Le 07 Juin 2018 devant le jury composé de:

- Pr A.MELIANI

- Pr A.BOULAHNA

- Pr K.MOUGHAMIR

Stage effectué à LafargeHolcim-Meknes

Année Universitaire 2017 / 2018

Dédicace

A MA MERE : **BROMI FARIDA**

AUCUN MOT, AUSSI SIGNIFIANT SOIT-IL, NE SAURAIT EXPRIMER LE DEGRE D'AMOUR, D'AFFECTION, DE RESPECT ET DE RECONNAISSANCE QUE J'ÉPROUVE POUR VOUS. VOTRE PRÉSENCE À MES COTÉS M'A TOUJOURS APPORTÉ CONFIANCE ET RÉCONFORT.

PUISSE CE TRAVAIL ÊTRE LE FRUIT DE VOTRE DÉVOUEMENT ET DE VOS SACRIFICES ET UN TÉMOIGNAGE DE MA GRATITUDE ET PATIENCE.

QUE DIEU VOUS PROCURE LONGUE VIE, AVEC BONHEUR ET SANTÉ, VOUS PROTÈGE, AFIN QUE VOUS DEMEURIEZ LE SOLEIL QUI ILLUMINE MA VIE.

A MA SŒUR : **BOUHADINI DALAL**

JE TE SOUHAITE DES RÊVES À N'EN PLUS FINIR ET L'ENVIE FURIEUSE D'EN RÉALISER, TU AS TOUJOURS ÉTÉ POUR MOI D'UNE AIDE TRÈS PRÉCIEUSE. JE TE DÉDIE CE TRAVAIL EN TÉMOIGNAGE DE MA GRANDE AFFECTION.

A MA CHÈRE FAMILLE.

A TOUS MES AMIS

A TOUS CEUX QUI ONT CONFIANCE EN MOI.

QUE TOUT LE MONDE RETROUVE À TRAVERS CES QUELQUES LIGNES, MES SINCÈRES SENTIMENTS ET MES PROFONDES RECONNAISSANCES

Remerciement

Avant d'aborder le vif de mon projet et de cette expérience professionnelle, il apparaît opportun de commencer par des remerciements, à ceux qui m'ont beaucoup appris au cours de cette période, et à ceux qui ont eu la gentillesse de faire de ce stage un moment agréable.

Tout d'abord je tiens à remercier Mr IJJAALI Mostafa, le Doyen de la Faculté des sciences et techniques de Fès, pour l'intérêt qu'il a toujours porté à la recherche scientifique au sein de notre établissement.

Toute ma gratitude à Mr HARRACH Ahmed le Chef de Filière, Génie Chimique, ainsi que tout le corps professoral pour leur formation pertinente et leur effort durant toute l'année.

Je remercie profondément Mr MELIANI Abdeslam professeur à la Faculté des sciences et technique de Fès qui a bien voulu encadrer et diriger mon travail durant ma période de stage.

Mes sincères remerciements au Chef du service qualité et environnement à LafargeHolcim Mr MABROUK Mohamed pour son encadrement et ses remarques constructifs afin d'aboutir au terme ce projet.

J'exprime tout ma reconnaissance à Mr CHEBAIBI Abdelilah, technicien spécialisé pour son co-encadrement. J'ai beaucoup apprécié sa motivation et sa bonté de cœur. Merci d'avoir répondu à toutes mes questions et de m'avoir soutenue quand ça n'allait pas si bien. C'était un vrai plaisir de travailler avec toi.

Un grand merci à tous les stagiaires qui ont partagé mes journées et avec qui j'ai tissé de belles amitiés, OUCHAN FatimaEzzahra, OUBENSAID Anass, EL ASSRI Jaouad, que votre vie soit remplie de joie et de bonheur.

Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à l'élaboration de ce présent travail.

Sommaire

SOMMAIRE	
LISTE DES TABLEAUX :	
LISTE DES FIGURES :	
INTRODUCTION :	1
CHAPITRE 1 : PRESENTATION DE LAFARGEHOLCIM	3
<i>I. PRESENTATION DU GROUPE LAFARGEHOLCIM :</i> -----	4
1. <i>Historique de Lafarge :</i>	4
2. <i>Fusion avec Holcim :</i>	5
3. <i>Principes d'action LafargeHolcim :</i>	5
<i>II. ENTREE A LAFARGEHOLCIM MEKNES :</i> -----	6
1. <i>Historique :</i>	6
2. <i>L'organigramme de LafargeHolcim Meknès :</i>	7
3. <i>Les différents services de l'usine :</i>	8
CHAPITRE 2 : PROCEDE DE FABRICATION DU CIMENT	10
<i>I. DEFINITION ET COMPOSITION DU CIMENT :</i> -----	11
<i>II. EXPLOITATION DE LA CARRIERE :</i> -----	12
<i>III. CONCASSAGE :</i> -----	12
<i>IV. LA PRE-HOMOGENEISATION :</i> -----	13
<i>V. BROYAGE CRU :</i> -----	13
<i>VI. HOMOGENEISATION :</i> -----	14
<i>VII. CUISSON :</i> -----	14
1. <i>La destruction des combinaisons :</i>	15
2. <i>Clinkerisation :</i>	16
3. <i>Refroidissement :</i>	19
<i>VIII. BROYAGE DU CLINKER :</i> -----	19
<i>IX. ENSACHAGE ET EXPEDITION :</i> -----	20
<i>X. CONTROLE DE QUALITE DES PRODUITS CIMENTIERS :</i> -----	20
1. <i>Les essais chimiques :</i>	20
a) <i>Analyse par spectromètre de fluorescence à rayon X :</i>	20
b) <i>La perte au feu :</i>	21
2. <i>Analyses mécaniques :</i>	22



a)Gâchage :.....	22
b)Malaxage :.....	22
c)Moulage et conservation :.....	22
d)Flexion et compression :.....	23
e)Essai de prise :.....	23

CHAPITRE 3 : INFLUENCE DE SO₃ SUR LA RESISTANCE MECANIQUE DU CIMENT CPJ45	24
<i>I.OBJECTIF :</i>	<i>25</i>
<i>II.LE ROLE DE SO₃ DANS L'HYDRATATION DES ALUMINATES :</i>	<i>25</i>
<i>III.PRINCIPE :.....</i>	<i>26</i>
<i>IV.RESULTATS DE L'ESSAI SUR LE CIMENT CPJ45 (BROYEUR BK4) :.....</i>	<i>27</i>
CONCLUSION :.....	30

Nomenclature et liste des abréviations

LH	LafargeHolcim
EPI	Equipement de protection individuelle
C	Oxyde de Calcium (CaO : la chaux vive)
S	Oxyde de Silicium (SiO_2 : la silice)
A	Oxyde d'Aluminium (Al_2O_3 : l'alumine)
F	Oxyde de Fer (Fe_2O_3 : l'oxyde ferrique)
$\bar{\text{S}}$	Trioxysulfure de Soufre (SO_3)
C_3S	Silicate tricalcique (Alite)
C_2S	Silicate bicalcique (Belite)
C_3A	Aluminate tricalcique
C_4AF	Ferro-aluminate tricalcique
MPa	Méga Pascal
RC28	Résistance à la compression à 28 jours
PF	Perte au feu
FX	Fluorescence X
EVS	Echangeur à voie sèche

LISTE DES TABLEAUX

<u>Tableau 1: pourcentage des oxydes dans le clinker</u>	----- 12
<u>Tableau 2: les quatre minéraux principaux du clinker</u>	----- 17
<u>Tableau 3: composition chimique moyenne du clinker</u>	----- 18
<u>Tableau 4: les différentes étapes de l'essai</u>	----- 26
<u>Tableau 5: le pourcentage de chaque composant dans le ciment</u>	- 27
<u>Tableau 6: les paramètres de chaque échantillon</u>	----- 28
<u>Tableau 7: résultats des essais mécaniques</u>	----- 28

LISTE DES FIGURES

<u>Figure 1: organigramme LafargeHolcim</u>	8
<u>Figure 2: hall de pré homogénéisation</u>	13
<u>Figure 3: broyeur à galets</u>	14
<u>Figure 4: schéma des étapes de cuisson du clinker</u>	15
<u>Figure 5: aspect du clinker</u>	18
<u>Figure 6: broyeur à boulets</u>	20
<u>Figure 7: courbe des résistances en fonction du pourcentage de SO₃</u>	29
<u>Figure 8: évolution de la résistance mécanique à long terme en fonction de SO₃</u>	29







INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le secteur cimentier au Maroc a connu un grand développement ces dernières années, il constitue un facteur important dans la croissance économique au niveau national et mondial. Il occupe actuellement une place importante dans le tissu socio-économique marocain et ce en raison de sa forte contribution à la création de la valeur ajoutée, la promotion de l'emploi, la lutte contre l'habitat insalubre et la protection de l'environnement. Son développement est étroitement lié au développement du pays et à la mise à niveau du secteur de la construction et du logement.

Le ciment peut être défini comme étant une poudre minérale qui a la propriété de former en présence de l'eau une pâte capable de faire prise et de durcir progressivement même à l'abri de l'air et notamment sous l'eau.

Les propriétés mécaniques du ciment nécessitent d'être optimisées suivant la nature des ciments produits. Parmi les facteurs d'optimisation, l'ajout du sulfate de calcium (CaSO_4) destiné à réguler la réactivité de l'aluminate tricalcique (C_3A) et responsable de la résistance mécanique à long terme (au-delà de 28 jours). Cette dernière est la propriété essentielle décrivant la qualité du ciment, elle est liée aux pourcentages des différents ajouts, principalement le taux de SO_3 dans le gypse.

Dans le but de déterminer l'optimum de sulfatage qui permet d'atteindre les meilleures résistances, on effectue un essai industriel de gypsage optimum du ciment CPJ45 avec adjuvant.

Ce rapport est structuré en trois chapitres :

- ❖ Le premier chapitre de ce mémoire sera consacré à la présentation de l'organisme d'accueil.
- ❖ Le deuxième chapitre sera dédié à la description du procédé de fabrication de ciment et les analyses physico-chimiques effectuées.
- ❖ Le troisième chapitre sera réservé à l'étude de l'effet de SO_3 sur les résistances mécaniques du ciment CPJ45.

Une conclusion générale sera présentée à la fin du rapport.



CHAPITRE 1 : PRÉSENTATION DE LAFARGEHOLCIM



I. Présentation du groupe LafargeHolcim :

1. Historique de Lafarge :

- ✓ **1833** : dans le village du Teil en Ardèche, Léon Pavin de Lafarge reprend l'exploitation familiale de carrières de pierre calcaire
- ✓ **1848** : création de la Société Lafarge Frères
- ✓ **1864** : premier chantier international phare. L'entreprise livre 110 000 tonnes de chaux pour la construction du canal de Suez
- ✓ **1887** : ouverture de son premier laboratoire au Teil, dans le Sud de la France
- ✓ **1931** : entrée dans le marché du plâtre
- ✓ **1939** : Lafarge devient le premier cimentier français, avec un quart du marché national
- ✓ **1956** : construction de sa première cimenterie au Canada, à Richmond
- ✓ **A partir des années 1960** : Lafarge développe une activité de béton prêt à l'emploi
- ✓ **1990** : création du laboratoire de recherche dédié aux matériaux de construction, devenu Centre de Recherche du Groupe LafargeHolcim, à L'Isle d'Abeau, près de Lyon
- ✓ **1997** : rachat du britannique Redland. Le Groupe devient n°1 du marché des Granulats et entre sur le marché de la Toiture
- ✓ **2000** : Lafarge est le premier Groupe industriel à conclure un accord de partenariat mondial avec le WWF. (World Wide Fund for Nature) dans le cadre du programme « Conservation Partner ». Le Groupe s'engage à lutter contre les émissions de CO2
- ✓ **2001** : acquisition du cimentier britannique Blue Circle Industries Plc (B.C.I.) qui propulse Lafarge au rang de premier cimentier mondial



- ✓ **2007** : cession de l'Activité Toiture au fonds d'investissement français PAI partners. L'acquisition d'Orascom Cement, leader du Moyen-Orient et Bassin Méditerranéen, marque l'accélération de la stratégie de développement du Groupe et fait de Lafarge le leader des matériaux de construction dans les marchés émergents
- ✓ **2011** : cession de l'activité Plâtres en Europe au Groupe Etex
- ✓ **2012** : Ambitions Développement Durable 2020
- ✓ **2015** : fusion des entreprises mondiales Lafarge et Holcim. Lafarge France devient membre du Groupe LafargeHolcim [1]

2. Fusion avec Holcim :

Le 7 avril 2014, Lafarge et le groupe suisse Holcim annoncent un projet de fusion entre les nos 1 et 2 du ciment. La nouvelle entité sera basée en Suisse.

En février 2015, Cement Roadstone Holdings (CRH) acquiert les actifs de Lafarge et de Holcim dans le cadre de leur fusion, pour un total de 7,34 milliards de dollars.

En mars 2015, Lafarge annonce l'acquisition des 45 % qu'il ne détient pas dans Lafarge Shui on Cement pour 294 millions d'euros. Cette offre de rachat est conditionnée au succès de sa fusion avec Holcim. En juin 2015, Lafarge acquiert les 14 % de participations qu'il ne détenait pas dans Lafarge India, pour 304 millions de dollars.

Le 10 juillet 2015, a lieu la fusion de Lafarge et Holcim. Le nouveau groupe est lancé officiellement le 15 juillet 2015 et prend le nom de LafargeHolcim. [1]

3. Principes d'action LafargeHolcim :

- C'est d'aller au-devant des attentes du client.
- Créer à leurs yeux une différence compétitive.

- Mieux les connaître pour mieux les servir.
- Contribuer au développement et au progrès de la construction.

Le groupe affirme son exigence pour une image ambitieuse de qualité, vecteur de communication et de transparence. La qualité de leurs produits est déterminée et contrôlée en respectant leurs principes déontologiques de confiance et de transparence, elle se bâtit tout au long du processus industriel, du choix des matières premières aux produits finis, en assurant tous les contrôles pertinents. Cela passe par la bonne maîtrise des opérations et donc un plan de formation accompagne nécessairement la politique qualité des établissements.[2]

II. Entrée à LafargeHolcim Meknès :

1. Historique :

La cimenterie de Meknès se trouve au Nord-est de la ville à proximité immédiate de Hay Soussi Ouislan et non loin de la route principale Meknès Fès.

La cimenterie à Meknès fut construite au début des années 50. En 1953, l'usine démarra la production de ciment au niveau du four 1 seulement, la capacité de ce four était de 400 tonnes par jour. Deux ateliers de broyage furent construits dans les années 70, puis un deuxième four en 1971, avec une capacité de 650 tonnes par jour et une augmentation de la capacité broyage ciment à 650.000 t.

- ❖ **En 1985** : la conversion du procédé voie humide en voie sèche, tout en augmentant la capacité de production qui atteint 1500 t/jour.
- ❖ **En 1989** : l'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.
- ❖ **1993** : Nouvelle extension avec le démarrage d'une seconde ligne de cuisson d'une capacité de 1.200 t/jour clinker.
- ❖ **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 du 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 pour protéger l'environnement.
- Modification du précalcinateur four pour protéger l'environnement.
- Mise en service d'un nouvel atelier de broyage en collaboration avec la société PLYSIUS avec une capacité de 100 tonnes par heure.

En Août 2002, le système de management environnemental de l'usine, et après une démarche d'amélioration de ses performances environnementales, a reçu sa certification ISO 14001 par le Ministère de l'Industrie et l'Association Française de l'Assurance Qualité (AFAQ).

Destiné à accroître la capacité d'ensachage et à réduire d'autant les délais d'attentes avant chargement, l'usine a engagé un investissement de 40 millions de DH pour l'extension et la modernisation du stockage et de l'ensachage du ciment.

Cet Investissement s'inscrit dans le droit fil des efforts développés par l'usine dans le cadre de la nouvelle approche client.

2003/2004 :

- 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.
- Mise à niveau d'une installation d'incinération des pneus déchiquetés au niveau BAF ligne 2.

2004/2005 :

- Lancement d'une nouvelle organisation Usine/Secteur.
- Annonce du développement des compétences de fabrication.
- Certification ISO 9001. [3]

2. L'organigramme de LafargeHolcim Meknès :

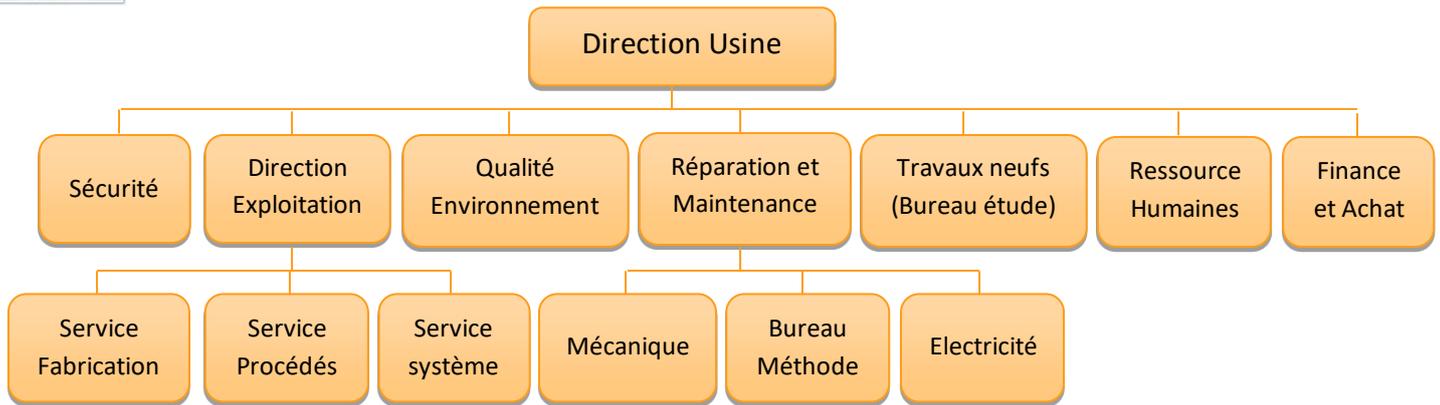


Figure 1: organigramme LafargeHolcim

3. Les différents services de l'usine :

- **Direction générale:** Service qui s'occupe de la définition du budget et de la politique à suivre.
- **Service Achat et Approvisionnement :** Service qui s'occupe de l'achat de nouveaux matériels et pièces du rechange.
- **Service production :** Service qui s'occupe des planifications des dates d'arrêt de l'installation et suivi du processus de production.
- **Service personnel :** Service qui s'occupe de la gestion du personnel en assurant leur formation, leurs rémunérations, leurs congés, etc.
- **Service Maintenance :** Il est placé très haut dans la hiérarchie de l'usine ce qui prouve son importance. Il assure la disponibilité des machines afin de produire le maximum de produits dans des bonnes conditions de qualité, de sécurité avec un cout optimal.
- **Service Administrative et Financier :** Ce service s'occupe de la comptabilité des opérations de la gestion de la trésorerie et assure les taches suivantes :
 - ✓ Comptabilité, après traitement et contrôle.
 - ✓ Réception des factures et contrôle de toutes les dépenses.
 - ✓ Règlement des fournisseurs.



✓ Information de la direction générale à travers les états mensuels.

- **Sécurité :** Service qui s'occupe de l'information du personnel sur les mesures et consignes de sécurité. [3]



CHAPITRE 2 : PROCÉDÉ DE FABRICATION DU CIMENT



Introduction :

Le présent chapitre explique en détails le processus de production du ciment qui va permettre de comprendre la planification de la production de ce matériau de construction. Une visite sur le terrain est indispensable pour bien assimiler comment est produit le ciment. Au cours de mon stage, j'ai eu l'occasion de visiter le site de production de LafargeHolcim Meknès depuis le hall de pré homogénéisation jusqu'à l'ensachage. Cette tournée de l'usine m'a été d'un grand aide dans la réalisation de mes tâches qui demandent une bonne compréhension du processus de production.

Comme LafargeHolcim est soucieux de la sécurité de toute personne à l'intérieur de l'usine, cette visite ne peut se faire qu'avec l'accord de l'encadrant, et le port obligatoire des EPI (Equipements de Protection Individuels) sans oublier la nécessité d'être accompagné d'une personne qui pourra guider et donner des clarifications à toutes les questions possibles.

I. Définition et composition du ciment :

le terme <<ciment>> est issu du latin <<coementum>> qui signifie mortier, liant des maçonneries. Ce sens étymologique a toutefois été restreint aux seuls liants dits hydraulique. Le ciment est désormais défini comme étant un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit en réaction au processus d'hydratation et qui, après durcissement conserve sa résistance et sa stabilité, même sous l'eau. [4]

Les matières premières qui entrent dans la composition du ciment sont principalement le calcaire et l'argile dans des proportions moyennes respectives de 80% et 20%. Le calcaire est composé principalement de deux oxydes : CaO et CO₂. L'argile est constituée de diverses matières contenant surtout trois oxydes : la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃) et l'oxyde de fer (Fe₂O₃).

L'usine de Meknès est spécialisée dans la fabrication de trois catégories de ciments, à savoir : CPJ35, CPJ45, CPJ55, qui se différencient selon des pourcentages précis des ajouts au clinker. Les nomenclatures que nous présenterons dans le prochain chapitre, détaillerons les

pourcentages de clinker et de matières d'ajouts dans chaque qualité de ciment. Les matières d'ajouts sont :

- Le gypse qui permet de régulariser le temps de prise du ciment.
- Le calcaire : ajout qui diminue la résistance du ciment.
- Le schiste : le gisement de schiste se situe à 20km de Sud-ouest de la ville Fès.
- Les matières de correction ajoutées à la matière crue, à savoir le sable et les minerais de fer. Leur cout est élevé car elles sont fournies par des fournisseurs étrangers. [2]

II. Exploitation de la carrière :

Les matières premières nécessaires à la fabrication du ciment sont extraites de carrières à ciel ouvert par tir électronique. On fait l'extraction de matières apportant ces quatre éléments majeurs du ciment :

- Le calcaire : CaCO_3
- La silice : SiO_2
- L'alumine : Al_2O_3
- L'oxyde de fer : Fe_2O_3

Ces derniers sont contenus dans le Clinker en proportions approximatives suivantes :

Tableau 1: pourcentage des oxydes dans le clinker

Nature des oxydes	Oxydes	% (Clinker)
Basique	CaO	66
Acides	SiO ₂	22
	Al ₂ O ₃	5
	Fe ₂ O ₃	4

Ces éléments sont dirigés par des camions vers un atelier de concassage qui se situe dans la carrière. Les roches sont échantillonnées en continu pour déterminer la quantité des différents ajouts nécessaires.

III. 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 (calcaire et schiste). Les matières premières sont transportés par les camions qui sont déchargés dans une trémie qui est reliée à un alimentateur à vitesse variable qui permet de réguler le débit d'alimentation

La matière première passe par un concasseur à marteaux. Cette étape est capable de fournir un débit max de 1100t/h

Après le concassage, la matière est transportée par un tapis roulant vers le pré-homogénéisateur. [5]

IV. La pré-homogénéisation :

L'usine est équipée d'un hall de pré-homogénéisation dont la capacité est de 18 000 tonnes. Le hall est généralement constitué de 2 tas : un tas mort et l'autre en consommation, cette opération est réalisée pour aboutir un mélange pré-homogène en disposant la matière en couches horizontales superposées puis en la reprenant verticalement (tas en consommation) à l'aide d'un grattoir. [6]



Figure 2: hall de pré homogénéisation

V. Broyage cru :

Avant le broyage on procède souvent des ajouts en constituants secondaires servant à corriger la composition : Minerai de fer (apport d'oxyde de fer), bauxite (apport d'alumine), schiste (silice), calcaire de correction. Les grains de calcaire et d'argile sont mélangés par broyage, dans deux proportions définies, en un mélange très fin, le « cru ».

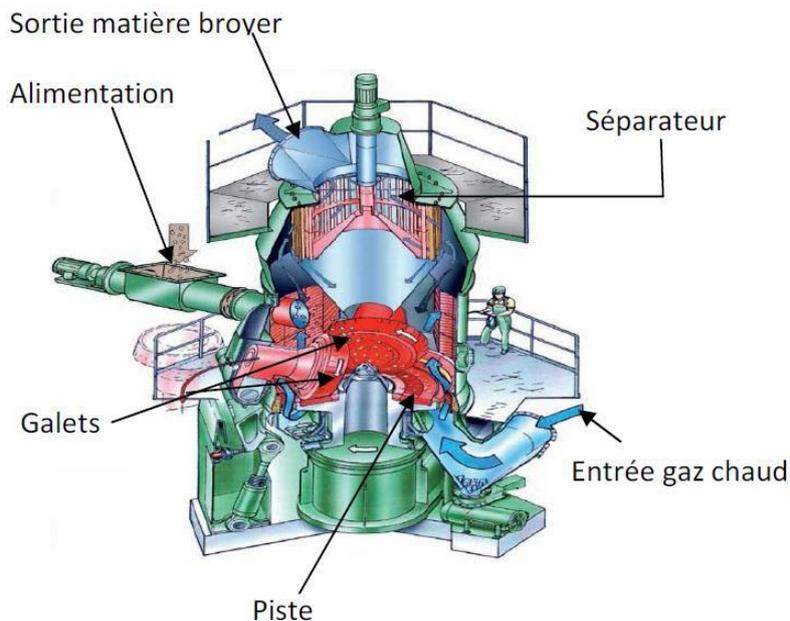


Figure 3: broyeur à galets

Après écrasement, entre la piste et les galets, un flux de gaz chaud provenant du four assure le séchage pour diminuer le taux d'humidité de la matière et le transport pneumatique de la matière. Un séparateur intégré à la machine permet de régler la finesse du produit final : les grosses particules retombent sur le plateau de broyage tandis que les fines sont entraînées par le flux de gaz. La farine récupérée par les filtres est acheminée vers le silo farine. [6]

VI. 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 d'homogénéisation de la farine.

- Silos 1 : 7 500 tonnes.
- Silos 2 : 5 000 tonnes.

Cette opération permet d'homogénéiser le cru et d'alimenter les fours avec un cru de composition chimique constante dans le temps.

VII. Cuisson :

La cuisson agit sur la qualité du clinker et du ciment (broyabilité, résistances) par la température et le temps de clinkérisation (profil thermique, cristallisation, chaux libre), la volatilisation (chlore, soufre, alcalins) et le refroidissement du clinker (blocage des phases et cristallisation). C'est une opération qui a un gros impact sur la réactivité du clinker et la qualité du produit fini. La ligne de cuisson est constituée de :

- Une tour de préchauffage (échange à voie sèche).
- Un four rotatif.
- Un refroidisseur. [2]

Les étapes de cuisson du clinker sont représentées sous dessous :

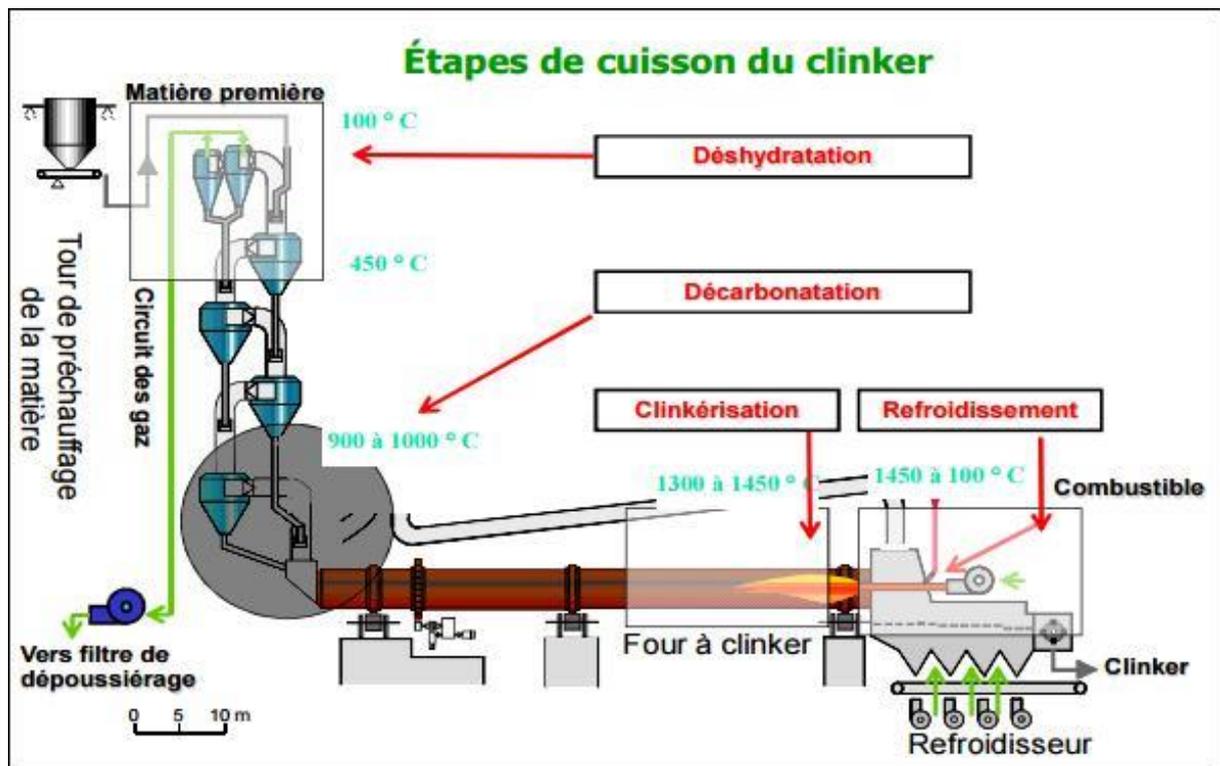


Figure 4: schéma des étapes de cuisson du clinker

1. La destruction des combinaisons :

L'échangeur à cyclones permet d'effectuer un échange thermique à contre-courant entre les gaz chauds (950 °C) sortant du four et la farine (état du cru après broyage et avant cuisson) froide (50 à 60 °C). Les gaz parcourent l'édifice de bas en haut alors que la matière le parcourt en sens inverse, pour obtenir les 4 corps C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF il faut avant tout détruire les combinaisons dans lesquels ils se trouvent dans le cru. A la fin de cette étape les 4 corps sont prêts à être recombines. Elle est divisée en 4 étapes :

✚ **A 100 °C : Evaporation de l'eau non liée**

✚ **250 à 450 °C : Déshydratation correspondante à l'évaporation de l'eau liée**

✚ **450 à 820°C : Décarbonatation du carbonate de magnésium :**



✚ **700 à 950 °C : Décarbonatation du carbonate de calcium :**



La décarbonatation du carbonate de calcium engendre la formation de la chaux vive indispensable pour la formation des différentes phases du clinker accompagnée d'un grand dégagement gazeux de CO₂. Cette réaction est une grosse consommatrice d'énergie : 1700KJ/Kgclinker.

Ces réactions sont toutes effectuées dans la tour EVS sauf la décarbonatation du carbonate de calcium dont 80% s'effectue aussi dans la tour EVS tant que 20% restante se réalise dans la première partie du four rotatoire. [2]

Le four rotatif est un tube cylindrique tournant autour de son axe (1 à 4 t/min). C'est un échangeur de chaleur à contre-courant dans laquelle la flamme et les gaz récupérés du refroidisseur cèdent leur chaleur à la farine qui arrive en sens inverse. Le four est constitué par une virole en acier et protégée par un revêtement intérieur en matériaux réfractaires. [7]

2. Clinkerisation :

Cette opération commence dès 800°C mais se développe essentiellement entre 1200 et 1450°C. C'est une étape de recombinaison des quatre éléments A, S, F, et C

Formation de la phase liquide : L'oxyde de fer s'associe d'abord à l'alumine et à la chaux pour former un composé de formule globale C_4AF . S'il reste de l'alumine, elle réagit ensuite avec la chaux pour former le C_3A .

Dès 1338°C , C_4AF et C_3A donnent naissance à la phase liquide qui favorise les réactions chimique solide/solide entre silice et chaux. [8]

Réactions à l'état solide : l'alumine et le fer étant combinés pour former C_4AF et C_3A , la silice et la chaux disponible vont réagir pour former du C_2S dans un premier temps, puis du C_3S par réaction du C_2S avec la chaux restante. Généralement la réaction n'est pas totale et il reste un peu de chaux non combinée : c'est la chaux libre dont l'excès peut être nocif dans le ciment (risque d'expansion). [8]

Tableau 2: les quatre minéraux principaux du clinker

Symbole cimentier	Formule chimique	Nom
C₃S	$(\text{CaO})_3\text{SiO}_2$	Silicate tricalcique ou Alite
C₂S	$(\text{CaO})_2\text{SiO}_2$	Silicate bicalcique ou Belite
C₃A	$(\text{CaO})_3\text{Al}_2\text{O}_3$	Aluminate tricalcique
C₄AF	$(\text{CaO})_4\text{Al}_2\text{O}_3\text{Fe}_2\text{O}_3$	Alumino ferrite tétracalcique

Pour que la transformation de C_2S en C_3S soit totale, il faut :

- ✚ Une température supérieure à 1420°C .
- ✚ Suffisamment de la chaux vive (CaO).
- ✚ Un temps de réaction suffisant entre C_2S et CaO .
- ✚ Une température régulièrement répartie.

Industriellement ces 4 conditions n'étant par réunis, il restera du C_2S non transformé dans le clinker. Alors, le clinker est le résultat d'un ensemble de réactions physico-chimiques progressives sous l'effet de la chaleur. Elle se présente sous forme de grains gris foncés, arrondis, à surface irrégulière et dont le diamètre peut aller jusqu'à 3 cm. [8]



Figure 5: aspect du clinker

Le clinker contient, en addition aux quatre éléments majeurs d'autres constituants en faible quantité :

Tableau 3: composition chimique moyenne du clinker

Constituant	Masse molaire	Symbole cimentier	%clinker
SiO₂	60	S	20 à 24%
Al₂O₃	102	A	3 à 6%
Fe₂O₃	160	F	1 à 5%
CaO	56	C	62 à 68%
MgO	40	M	0.5 à 4.5%
SO₃	80	\bar{S}	0 à 1.5%
K₂O	94	K	0.2 à 1.5%
Na₂O	62	N	0 à 0.5%
TiO₂	80		0.1 à 0.6%
CaO libre	56		0.5 à 3%

Les alcalins (Na₂O, K₂O) et la magnésie (MgO) fondent. Le liquide, issu de cette fusion favorise les combinaisons entre C,A,F et S. [2]

3. Refroidissement :

De 1450 à 100°C, la stabilisation du clinker est achevée par effet trempe. Le refroidissement doit être très rapide. Si ce dernier est lent, il provoque 3 transformations indésirables :

Le C_3S se décompose en C_2S : la décomposition de C_3S en C_2S et CaO diminue la résistance du ciment à court terme et augmente un peu la chaux libre. [9]

La magnésie (MgO) cristallise indépendamment de la phase liquide : cette cristallisation provoque l'expansion du ciment lors de l'hydratation. [9]

Le C_2S change de réseau cristallin : ce changement modifie les propriétés hydrauliques du ciment. [9]

Alors, le clinker une fois sorti du four tombe dans le refroidisseur pour subir une trempe rapide et empêcher ces transformations indésirables qui influent sur la qualité et la composition du clinker. Ensuite il est évacué par tapis vers le silo à clinker d'une capacité de 60 000 tonnes où il sera stocké en attendant d'être broyé pour faire du ciment. [9]

VIII. Broyage du clinker :

Après refroidissement, le clinker est ensuite broyé en addition de deux composés : le calcaire d'addition et le gypse. Ces additions consistent à régulariser la prise du ciment ainsi conférer au ciment des propriétés correspondantes à ses différentes qualités. [10]

Le broyage se fait dans un broyeur à boulets qui est souvent rempli de boulets en aciers spéciaux et tapissés de 26 plaques de blindage. Le broyeur tourne à une vitesse calculée pour que boulets et clinker se percutent sans être centrifugés. Les matières concassées sont rejetées vers le centre du broyeur, ensuite les plus fines passent à travers les grilles (en fond de broyeur) dans une seconde chambre de broyage pour être broyées plus finement. [10]

Il est indispensable d'incorporer un adjuvant avec les additifs pour éliminer le dépôt du clinker sur les boulets du broyeur. [10]

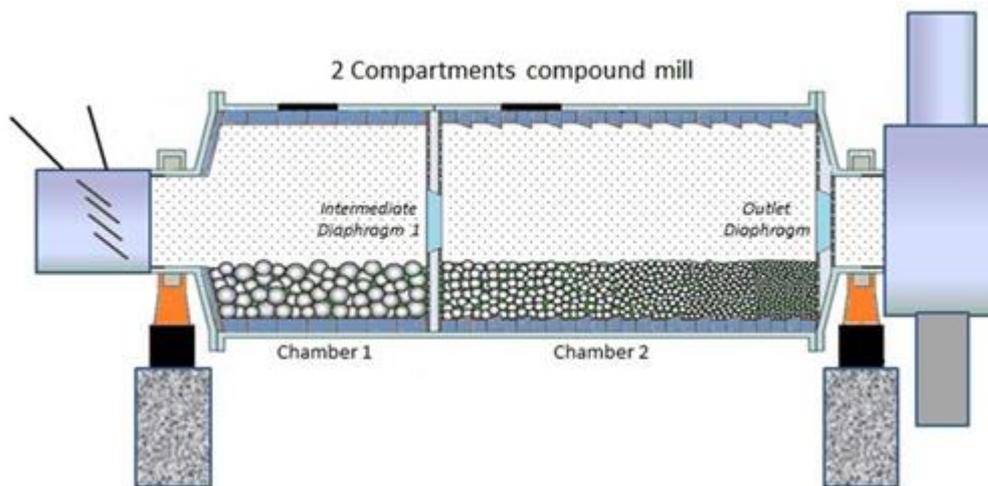


Figure 6: broyeur à boulets

En sortie du broyeur tous les matériaux broyés sont entraînés dans un séparateur, qui renvoie les particules les plus grosses dans le broyeur, alors que les plus fines sont dirigées vers les silos de ciment. L'air qui sert de moyen de transport est filtré et les particules récupérées sont envoyées également vers les silos de ciment. [2]

IX. Ensachage et expédition :

A la sortie broyeur, le ciment est sous forme définitive, il est orienté vers les silos de stockage et de livraison (7 silos). Il existe trois silos pour CPJ 35 (silo 2, 5 et 6), trois silos pour CPJ 45 (silo 1, 4 et 7) et le silo 3 pour CPJ 55. Le transport du ciment s'effectue par un convoyeur pneumatique. Le ciment quitte l'usine en sac. [9]

X. Contrôle de qualité des produits cimentiers :

1. Les essais chimiques :

a) Analyse par spectromètre de fluorescence à rayon X :

La fluorescence X peut être définie comme étant une méthode de détermination de la concentration d'un élément dans un échantillon, celle-ci se fait par la mesure de l'intensité du rayonnement. La fluorescence X est une interaction entre le rayon X primaire et les différentes couches électroniques de l'atome, les électrons sont excités et migrent vers une couche électronique supérieure. En revenant à l'état initial il y a émission d'un rayonnement spécifique à l'élément, l'intensité du rayonnement secondaire est proportionnelle à la concentration de l'élément. LafargeHolcim Meknès utilise un spectromètre de type BRUKER.

Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les pourcentages en éléments. [11]

Les échantillons peuvent être préparés sous forme de perles ou de pastilles.

Préparation de perles :

Après séchage de l'échantillon désiré dans un four, on en pèse 0.5g dans un creuset, et on y ajoute 8.5g d'un fondant (di-lithium tétraborate) qui baisse la température de fusion. Le mélange est ensuite déposé dans une perleuse pour subir une cristallisation.[12]

Préparation des pastilles :

- ◆ Séchage d'échantillon dans un four d'une température de 105°C.
- ◆ Peser 20g de l'échantillon.
- ◆ Ajouter 2 comprimés d'additif de broyage(HERZOG).
- ◆ Broyage du mélange pendant 2min30s
- ◆ Peser et mettre 10 g dans une pastille.
- ◆ Presser la pastille dans un compresseur (200tonnes).
- ◆ Nettoyer le fond de la pastille pour éviter la pollution de l'appareil FX. La pastille est met dans l'appareil FX, et les résultats seront affichés sur le système de détection relié à la machine FX (ordinateur). [12]

b) La perte au feu :

Cette opération consiste à déterminer l'ensemble de matières qui passent à l'état gazeux, d'une autre façon elle consiste à déterminer la perte en poids de la matière.

Le mode opératoire débute par peser dans un creuset de masse notée M_c une masse de 1 (plus en moins 0.05)g de l'échantillon notée M_i .

L'ensemble est ensuite porté au four à une température de 950°C pendant 30min puis pesé après refroidissement à l'air libre. La masse de l'ensemble (creuset-matière) est notée M_f . [9]

◆ **Résultat :**

$$\% \text{ Perte au feu} = \frac{(M_c + M_i) - M_f}{M_i} \times 100$$

2. Analyses mécaniques :

Un département fonctionnant dans les conditions climatiques prévues par les normes en vigueur est doté de tous les équipements nécessaires au déroulement des essais physiques et mécaniques. Ces équipements sont entretenus, vérifiés et étalonnés systématiquement.

a) Gâchage :

Le gâchage est une opération cruciale, qui permet de confectionner 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 (4x 4 x16 cm³) qui serviront aux essais de flexion et de compression. [13]

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 marche 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. [13]

c) Moulage et conservation :

La première étape du moulage est de diviser le portier 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 une armoire humide à la température de $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. [13]

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. [13]

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 (Aiguille du Châtelet) 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. [13]

CHAPITRE 3 :
INFLUENCE DE SO₃
SUR LA RÉSISTANCE
MÉCANIQUE DU
CIMENT CPJ45

I. Objectif :

L'aluminate tricalcique est le composé le plus réactif avec l'eau. C'est parce que l'hydratation des aluminates est très rapide que l'usine ajoute du gypse au clinker pour contrôler ces réactions. L'adsorption des sulfates à la surface des silicates de calcium hydratés (C-S-H) serait à l'origine de la modification du processus de germination croissance des C-S-H qui aurait pour conséquence l'augmentation du degré d'hydratation du C3S et des résistances en compression. [13]

L'optimisation du sulfate est un levier rapide pour ajuster la performance du ciment, optimiser le coût et réduire le facteur de clinker/ciment. Par conséquent, une optimisation des sulfates doit être effectuée au moins une fois par an, suite au changement de la réactivité du clinker et à l'optimisation du taux de saturation en chaux dans le cru. [13]

La procédure suivie est basée sur un essai d'une période de 2-3h, dans lequel le dosage de gypse est augmenté pour atteindre le %SO₃ maximum, et puis débité pour atteindre le %SO₃ minimum. En parallèle, des échantillons sont prélevés à haute fréquence pour fournir une large gamme de SO₃. Les ciments sont analysés, et leurs caractéristiques physiques définissent le dosage optimum du gypse pour le type de ciment. [14]

II. Le rôle de SO₃ dans l'hydratation des aluminates :

✚ **Formation d'ettringite** : Les aluminates réagissent avec le sulfate de gypse pour former de l'ettringite (trisulfoaluminate de calcium hydraté) :



Cette réaction est fortement exothermique. Une couche d'hydrates vient entourer les aluminates qui forment alors une couche protectrice autour du grain. [15]

✚ **Transformation de l'ettringite en monosulfate de calcium hydraté** : Lorsque le gypse est épuisé, la concentration en sulfates de la solution baisse. L'ettringite devient alors instable et se dissout pour former du monosulfate de calcium hydraté. Les réactions chimiques s'intensifient. [15]

✚ **Hydratation des aluminates résiduels** : Au bout de quelques semaines, en général, l'ettringite se transforme totalement en monosulfo-aluminat. Au-delà d'un mois, les réactions se poursuivent lentement avec l'aluminat (C_3A) et l'aluminoferrite (C_4AF) pour former de l'aluminoferrite de calcium hydraté. Même si les séquences réactionnelles sont proches du C_3A , l'aluminoferrite tétracalcique (C_4AF) est nettement plus lent à réagir et n'apparaît de manière significative qu'une fois que le gypse est totalement épuisé. [15]

III. Principe :

L'essai d'optimisation de gypse à échelle industrielle est effectué pendant 2-3 heures. Les étapes principales sont illustrées ci-dessus :

- **Etape 1** : Stabiliser la production normale sur le $\%SO_3$ et la finesse cible. (2 échantillons consécutifs auront le même $\%SO_3$ et finesse).

- **Etape 2** : Augmenter le dosage du gypse pour atteindre le maximum de SO_3 au cours d'une courte période.

- **Etape 3** : Diminuer le dosage de gypse du maximum au minimum du SO_3 . L'échantillonnage devra se faire sur une courte période et à haute fréquence (chaque 5 min).

- **Etape 4** : Rétablir les conditions normales de la production.

L'essai consiste à faire des prélèvements, en continu sur un intervalle de 5 min, du ciment en variant le pourcentage du gypse du maximum au minimum [14].

Tableau 4: les différentes étapes de l'essai

La durée de l'étape (min)	Etape 1 Avant l'essai	Etape 2 0 – 60	Etape 3 60 – 120	Etape 4 120 - 150	>150
Réglages du doseur de gypse	Ajusté au SO_3 cible	Max	Min	Ajusté à la cible	Ajusté à la cible
Echantillonnage	Routine	10 min	5 min	10 min	Routine
Point de consigne du séparateur	Ajusté à la finesse	Pas de modifications		Ajusté à la finesse	

Sur tous les échantillons prélevés on va réaliser des analyses chimiques et des essais mécaniques afin de tracer une courbe de l'évolution de la résistance et le temps en fonction de la variation du SO₃ (l'élément majeur du gypse). Ces courbes vont nous permettre de déterminer le pourcentage optimal du gypse pour les deux paramètres. Le gypse utilisé est caractérisé par un pourcentage de SO₃ supérieur à 38%.

Tous les composants (clinker, calcaire d'addition) autres que le gypse sont proportionnellement ajustés car les points de consigne des doseurs sont fixés au cours de l'essai, à l'exception du doseur de gypse. On peut estimer les points de consigne X_{max} et X_{min} respectivement pour les teneurs maximales et minimales en SO₃.

$$X_{\max} = X_{\text{départ}} * \left(\frac{\text{Clinker}\%}{\text{Gypse}\%} \right)_{\text{départ}} / \left(\frac{\text{Clinker}\%}{\text{Gypse}\%} \right)_{\max}$$

$$X_{\min} = X_{\text{départ}} * \left(\frac{\text{Clinker}\%}{\text{Gypse}\%} \right)_{\text{départ}} / \left(\frac{\text{Clinker}\%}{\text{Gypse}\%} \right)_{\min}$$

X_{départ} est le point de consigne pour une production normale. Le rapport $\left(\frac{\text{Clinker}\%}{\text{Gypse}\%} \right)_{\text{départ}}$ correspond à la production régulière.

IV. Résultats de l'essai sur le ciment CPJ45 (broyeur BK4) :

On a sélectionné 9 échantillons avec un pourcentage de SO₃ approprié pour les essais mécaniques. Le tableau ci-dessous montre le pourcentage de chaque composant de ciment dans les échantillons prélevés :

Tableau 5:le pourcentage de chaque composant dans le ciment

	N° Echantillon								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
% Clinker	64,76	64,73	64,51	64,41	64,56	64,73	64,79	64,37	64,46
% Gypse	8,45	8,66	4,03	6,61	4,32	8,96	4,17	3,97	3,95
% Calcaire	26,79	26,61	31,46	28,98	31,12	26,31	31,04	31,66	31,59

Le %SO₃ de tous les échantillons prélevés pendant l'essai est déterminé par la spectrométrie de fluorescence X, ainsi que d'autres analyses chimiques.

Tableau 6: les paramètres de chaque échantillon

	1	2	3	04	5	6	7	8	9
%SO₃	1,81	2,01	2,19	2,3	2,4	2,49	2,6	2,85	3,09
Finesse Blaine (cm²/g)	4136	4187	4231	4219	4268	4185	4144	4113	4126
Début de prise (min)	135	149	155	140	161	150	134	156	151
Fin de prise (min)	232	262	252	245	249	234	225	242	244

Des essais mécaniques (gâchage) sont appliqués après sur les échantillons afin d'avoir les résistances à 1-2-7-28 jours :

Tableau 7: résultats des essais mécaniques

Echantillon	%SO ₃	Compression (MPa)			
		RC 1j	RC 2j	RC 7j	RC 28j
1	1.81	8.80	14.13	27.10	39.23
2	2.01	8.40	14.03	27.13	38.43
3	2.19	9.10	14.95	28.90	40.12
4	2.30	8.65	14.13	27.68	39.28
5	2.40	7.55	14.00	27.95	39.25
6	2.49	6.95	14.53	27.90	39.92
7	2.60	7.05	15.53	28.48	41.13
8	2.85	6.03	13.68	26.20	38.50
9	3.09	6.47	13.30	26.20	39.63

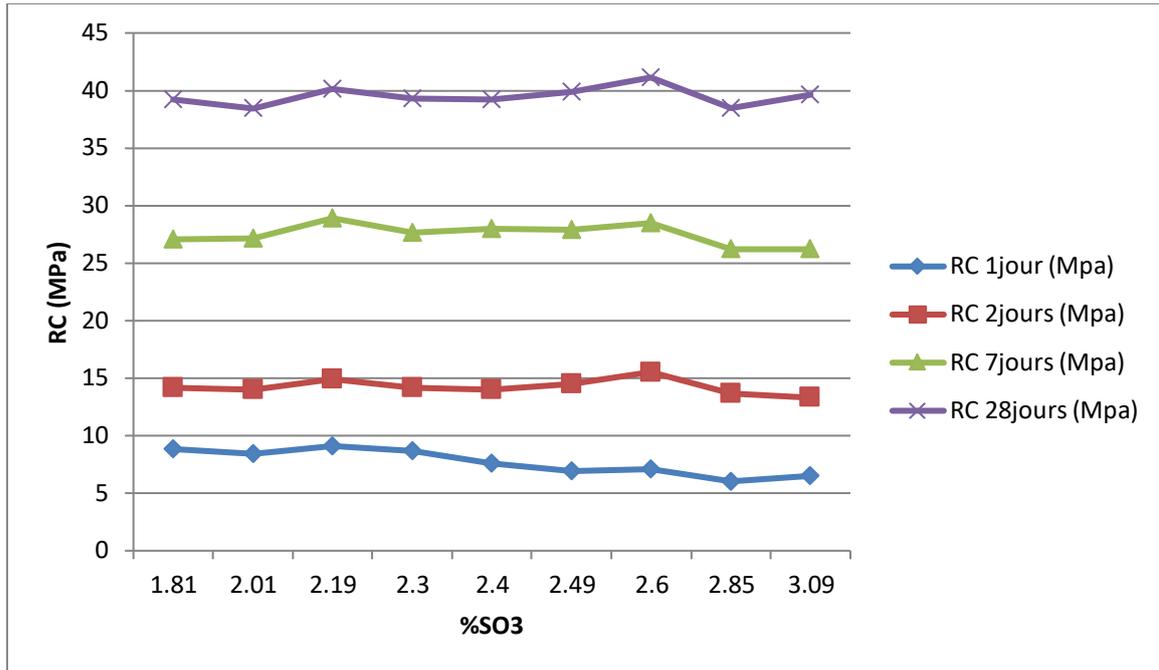


Figure 7: courbe des résistances en fonction du pourcentage de SO₃

Après avoir tracé la courbe des résistances en fonction du %SO₃, on observe une augmentation de la résistance à long terme. On va s'intéresser aux résistances après 28 jours.

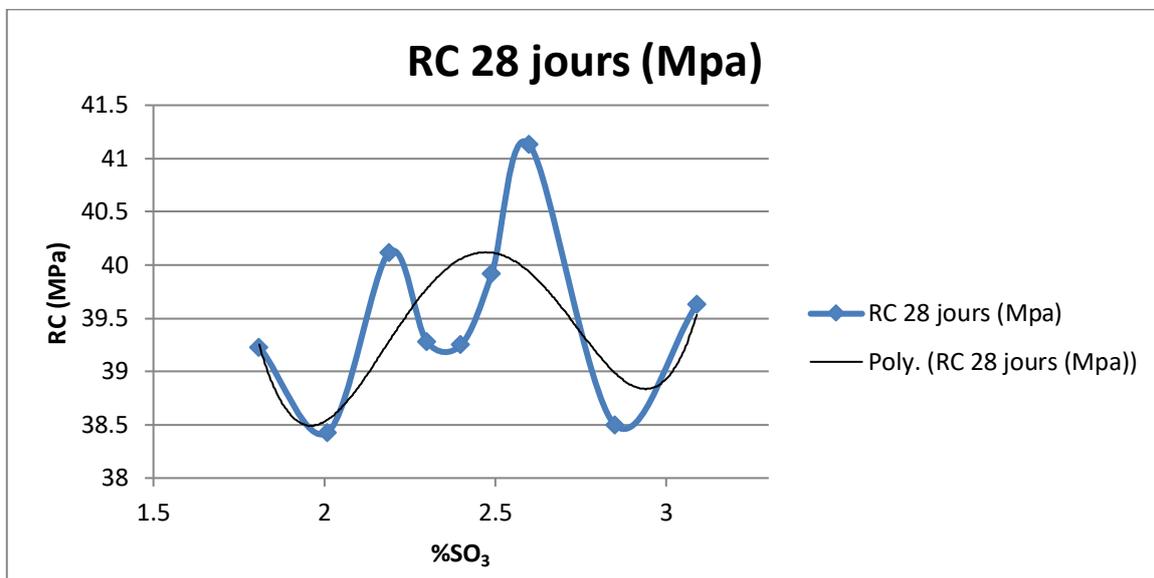


Figure 8: évolution de la résistance mécanique à long terme en fonction de SO₃

L'optimum de sulfatage est déterminé par le maximum de la courbe de tendance, il correspond à 2,47% de SO₃ et 64,69 de clinker.

Remarque : La forte résistance de l'échantillon 3 est due à un clinker qui est très réactif.

CONCLUSION

Pendant cette mission qui s'est déroulée au sein du laboratoire de qualité Lafarge-Holcim, à Meknès, on a travaillé sur l'influence du taux de sulfate de calcium sur l'hydratation et les propriétés mécaniques des pâtes de ciment, précisément le ciment CPJ45.

L'optimisation du pourcentage de SO_3 est essentielle pour avoir de bonnes résistances pour le ciment, nous avons déterminé au cours de cette étude le palier optimal et on a constaté le pourcentage de SO_3 qu'on doit utiliser pour avoir une prise normale et une bonne résistance. L'objectif était de vérifier et étudier l'influence du sulfate de calcium sur l'hydratation et les propriétés mécaniques du C_3S .

D'un point de vue chimique, le sulfate de calcium modifie le processus de germination de croissance des C-S-H, ce qui a pour conséquence l'augmentation du nombre de contacts entre les grains de C_3S et l'augmentation du degré d'hydratation.

Du point de vue des propriétés mécaniques, ces conséquences se traduisent par l'augmentation de la cohésion de la pâte pour un même degré d'hydratation et l'augmentation des résistances en compression à un temps donné.

Au cours de ce stage, j'ai pu mettre en application des notions que j'ai acquises pendant ma formation, de les développer à l'échelle industrielle, et aussi d'avoir de nouvelles connaissances dans le domaine de contrôle de qualité du ciment.



BIBLIOGRAPHIE :

- [1] : Histoire de Lafarge-2004
- [2] : Cahier technique LafargeHolcim
- [3] : Pliskin L.1993 : « La fabrication du ciment » -Edition Eyrolles Paris 1993
- [4] : Présentation Lafarge le Ciment @Lafarge1991
- [5] : LE CIMENT-Procédé de fabrication-Cycle de vie-Olivier Bernard ECP-20 février 2004
- [6] : Fabrication du ciment-Usine BOUSKOURA-JUIN 2001
- [7] : Variateurs et PLC pour les fours rotatifs
- [8] :Présentation Lafarge composition Cru/Clinker @Lafarge1991
- [9] : Master « physico-chimie des matériaux » cours technologie des ciments 1 – Fabrication du ciment PORTLAND
- [10]: Rapport de stage LafargeHolcim-Sabrine Aghbal-2014
- [11] : Spectrométrie à Fluorescence X-Valérie Thirion-Merle
- [12] :BRUKER AXS : physique des rayons X et paramètres instrumentaux
- [13] :Gunay. S, Influence de la cinétique d'hydratation des phases aluminates en présence de sulfate de calcium sur celles des phases silicates : conséquences sur l'optimum de sulfatage des ciments. Thèse doctorale Université de Bourgogne, 2012
- [14] :Protocole de l'essai industriel de Gypsage optimum du Ciment CPJ 45 avec Adjuvant
- [15] :Sorrentino. D, et Barriac. P, SO₃ in cement. Lafarge Seville, 1997