كلية العلوم و التقنيات فاس
Faculté des Sciences et Techniques de Fès

جامعة سيدي محمد بن عبد الله
Université Sidi Mohamed Ben Abdellah

Master Sciences et Techniques GMP

Génie des Matériaux et des Procédés

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Amélioration de la résistance à la compression du ciment Portland pur CPA 65

Présenté par:

EN-NAJI Fatima Zahra

Encadré par:

- **Mr. Ourrou Smail, CIMENT DU Maroc**
- **Pr. LHASSANI Abdelhadi, FST Fès**

Soutenu Le 11Juin 2018 devant le jury composé de:

- **Pr. A. LHASSANI FST Fès**
- **Pr. S. SABIR FST Fès**
- **Pr. F. KHALIL FST Fès**

Stage effectué à : Ciment du Maroc

DEDICACE

Je dédie ce travail à :

Mes très chers parents

Aucune dédicace ne saurait exprimer tout le respect et l'amour que je

Vous porte.

Vous êtes pour moi mon assurance, ma clé de bonheur et de réussite.

Pour ce modeste travail, je vous témoigne ma gratitude et la

Profondeur de mes sentiments.

Qu'Allah de tout puissant vous garde et veille sur votre santé.

Mes professeurs

Que ce travail soit la preuve de ma haute considération pour votre

Soutien et vos conseils.

Mes amis

Pour tous les moments que nous avons passés ensemble, trouvez ici,

L'expression de ma profonde fidélité.

Tous ceux qui m'aime et tous ceux qui ont contribué~~s~~ de près ou de loin à la réalisation

de ce rapport ;

Tous ceux qui ont confiance en moi.

Que tout le monde retrouve à travers ces quelques lignes, mes sincères sentiments et

mes profondes reconnaissances.

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier Ciments du Maroc de m'avoir accueilli et de m'avoir donné l'opportunité de découvrir le service qualité durant ce stage.

Je remercie tout particulièrement Mr OURROU Smail, pour son encadrement et ses conseils tout au long de ce stage. Je remercie également les personnes qui ont contribué à l'accomplissement de ce projet, Mr Jamal CHAHROUR, chef de laboratoire et Mr Rachid TOUBANI, technicien de laboratoire.

Je remercie mon tuteur universitaire Monsieur Abdelhadi LHASSANI, professeur de la Faculté des sciences et techniques de Fès, pour m'avoir aiguillé tout au long de mon travail. Sa disponibilité, son optimisme et ses conseils avisés, m'ont permis de mener ce travail dans les meilleures conditions.

J'exprime également mes gratitudes aux membres du jury, qui m'ont honoré en acceptant de juger ce travail.

J'exprime aussi mes sincères remerciements à tout le personnel de **« Ciment du Maroc Usine AIT BAHA »** et notamment les agents de laboratoire et de production pour leur sympathie et leur aide scientifique.

INTRODUCTION 1

Chapitre 1 : Descriptif de l'entreprise et processus de fabrication 3

1 Présentation générale de la société Ciment du Maroc 3

1.1 Heidelberg Cement Group..... 3

1.2 Ciment du Maroc..... 4

1.2.1 Fiche technique de la société Ciment du Maroc 4

1.2.2 Usine Ait Baha 4

2 Le processus de fabrication..... 5

2.1 Concassage : Préparation de la matière première..... 5

2.2 Les halls de stockage : Préparation de la matière première..... 6

2.3 Le Broyage de la matière cru 6

2.4 Homogénéisation de la matière Cru 7

2.5 Cuisson 7

2.6 Le Refroidissement..... 8

2.7 Stockage clinker 8

2.8 Broyage de ciment..... 9

2.9 Stockage de ciments et Expédition..... 9

Chapitre 2 : Etude bibliographique..... 12

1 Définition du ciment 12

2 Matières premières et préparation du mélange cru 12

3 Mécanisme de formation du clinker 12

3.1 Déshydratation du cru 13

3.2 Décomposition du carbonate de calcium et de magnésium 13

3.3 Réaction entre solides..... 13

3.4 Réactions en présence de matière fondue..... 14

3.5 Processus de refroidissement du clinker Portland 14

4 Description du mécanisme de l'hydratation du ciment 15

4.1 Hydratation des silicates 15

4.2 Hydratation des Aluminate tricalcique 16

Chapitre 3 : Etude du problème 18

1 Introduction 18

5 Etude de la chute de la résistance lors de la fabrication de CPA65 18

5.1 Définition du problème 18

5.1.1 Définition de l'outil QQOQCP 18

5.1.2 Application de l'outil QQOQCP 19

5.2 Identification des causes 20

5.2.1 Définition de l'outil ADC 20

5.2.2 Application de l'outil ADC 20

5.2.3 Analyse des résultats 21

5.2.4 Solutions pour limité l'effet des causes responsable de la chute de la résistance à la compression 22

Chapitre 4 : Materiels et méthodes 24

1 Introduction 24

1 Détermination de l'optimum de gypse de CPA 65 24

1.1 Elaboration d'un ciment Portland CPA65 24

1.1.1 Le clinker 24

1.1.2 Le gypse 25

1.2 Formulation des ciments 25

1.2.1 Composition pondérale des différentes variantes de ciment 25

1.3 Essai sur ciment préparés 26

1.3.1 Analyse complète par FLUO-X 26

1.3.2 Mesure de la surface spécifique de Blaine SSB des ciments 27

1.3.1 Essai de la détermination de la consistance normale 28

1.3.2 Essais de prise 30

1.3.3 Essai de la résistance à la compression 31

Chapitre 5 : Résultats et Discussion 33

1 Résultats expérimentaux et discussions 33

1.1 Analyses chimiques des différents ciments préparés 33

1.1.1 Influence du Taux de gypse sur les Teneurs en Oxydes 34

1.1.2 Influence du Taux de gypse sur la Surface Spécifique (SSB) du Ciment 35

1.2 Influence du Taux de gypse sur la Pâte de Ciment 36

1.2.1 Influence du taux de gypse sur la Consistance Normale..... 37

1.2.2 Influence du Taux de gypse sur le Temps de Prise 38

1.2.3 Influence du Taux d'gypse Sur La résistance a la compression 39

CONCLUSION 40

BIBLIOGRAPHIE 43

LISTE DES TABLEAUX

Tableau n° 1 : Fiche technique de la société 4

Tableau n° 2 : Résultats de lapplication de loutil QQOQCP 19

Tableau n° 3 : Solution proposés pour minimiser l'effet des facteurs 22

Tableau n° 4 : Compostion chimiques du clinker 24

Tableau n° 5 : Proprietés chimiques du gypse 25

Tableau n° 6 : Composition pondéral des ciments préparés 25

Tableau n° 7 : Composition chimiques des ciments préparés 33

Tableau n° 8 : Résultats de surface spécifiques blaine des ciments préparés 35

Tableau n° 9 : Résultats de la demande d'eau des ciments préparés 37

Tableau n° 10 : Résultats de temps de prise des ciments préparés 38

Tableau n° 11 : Résultats de la résistance à la compression des ciments préparés ... 39

LISTE DES FIGURES

Figure n°1 : Géographie mondiale d'Heidelberg 3

Figure n°2 : Le concasseur 5

Figure n°3 : Halle de stokage 6

Figure n°4 : Broyeur à cru 7

Figure n°5: Processus de refrodissement 8

Figure n°6 : Refrodisseur 8

Figure n°7 : Dome de stokage de clinker 9

Figure n°8 : Broyeur à ciment 9

Figure n°9 : Silo de stokage du ciment 10

Figure n°10 : Machine ensacheuse 10

Figure n°11 : Systéme de chargement automayique des camions 11

Figure n°12 : Microscope éléctronique à balyage de C-S-H et portlandite..... 15

Figure n°13 : Arbre des causes racine 21

Figure n°14 : Variation de la teneur des oxydes en fonction du taux de gypse 34

Figure n°15 : Variation de la teneur des oxydes en fonction du taux de gypse 35

Figure n°16 : Variation de la surface spécifique blain en fonction du taux de gypse 36

Figure n°17 : Variation de demande d'eau en fonction du taux de gypse..... 37

Figure n°18 : Variation de temps de prise en fonction du taux de gypse..... 38

Figure n°19 : Variation de la résistances à la compression en fonction du taux de gypse..... 40

LISTE DES ABREVIATIONS

CPJ: Ciment Portland composé

CPA: Ciment Portland Pur.

C3S: Alite ou bien Silicate Tricalcique

C2S: Bélite ou bien silicate bicalciques.

C3A: Célite ou bien aluminate tricalcique.

C4AF: Ferrite ou bien aluminoferrite.

LSF : Module de saturation de Kühl.

MS : Module silicique.

A /F : Module alumino-ferrique.

CaO : La chaux vive.

SSB : Surface spécifique Blaine.

RC : Résistance à la compression.

E/C : pourcentage d'eau sur ciment **(**Demande en eau).

PAF : perte au feu

INTRODUCTION

De nos jours, les cimenteries évoluent dans un contexte où la performance ne réside plus seulement dans leur capacité à fabriquer ou à vendre, mais également dans leur capacité à produire de la qualité, tout en maitrisant leur processus et en minimisant leurs coûts de production.

C'est pourquoi la fonction qualité prend une importance croissante et se révèle une des fonctions clé de la réussite et la performance tel que perçue par Ciments du Maroc. On a qu'à penser à un marché concurrentiel, où chaque entreprise cherche à se distinguer et à occuper une place de plus en plus importante, et à des clients exigeants en termes de qualité et de coût vu que le ciment est une matière où l'existence d'un défaut peut entrainer des conséquences fatales. Ceci ne fait que renforcer les besoins de Ciments du Maroc d'avoir une approche formelle et structurée concernant la fonction et le service qualité.

La non-conformité des résistances à la compression de CPA 65 lors des essais de fabrications engendre le non commercialisation de ce produit de haute gamme. Dans cette perspective, les responsables de la société Ciment du Maroc nous ont proposé de mener une étude sur l'amélioration de la résistance à la compression de CPA 65 en optimisant les paramètres qui influencent sa stabilité et surtout l'optimisation du taux de gypse afin de développer les meilleures résistances à court et long terme.

- **Problématique :**

Afin de s'approcher du l'objectif quatre principales questions ont été soulevées:

- C'est quoi tout d'abord le ciment CPA65 ?
- Dans quel but on fabrique ce type de ciment ?
- quels sont les causes influençant le développement des résistances à la compression à court terme ?
- Quelles sont les méthodes d'analyses à suivre pour appliquer cette étude ?

- **Les objectifs à atteindre :**

L'étude de recherche dans ce mémoire vise à atteindre les objectifs principaux suivants :

- Etude des effets de la variation du taux de gypse sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques et la durabilité des mortiers confectionnés à base de ciments (CPA65).
- Sélection le dosage optimum de gypse sur les ciments Portlands (CPA65).

Ce travail est une contribution à l'amélioration des propriétés des mortiers par activation mécanique de ciment (CPA 65) de cimenterie Ciment du Maroc usine ait Baha.

- **La méthodologie du travail :**

Pour atteindre ces objectifs, une approche méthodique, ordonnée et rationnelle a été adoptée. Ce rapport est ainsi organisé en trois principaux chapitres :

- Le premier est relatif à la prise de connaissance de la société « Ciment du Maroc usine ait Baha » et aussi aborde le processus de fabrication du ciment.
- Le deuxième chapitre est relatif à l'étude bibliographique sur le ciment est ces principale phases
- La troisième chapitre on présente d'aborde l'identification et la définition de problème et ces causes et l'élaboration de quelque mode d'action pour résoudre ces causes.
- Le quatrième chapitre présente les caractéristiques (propriété physique et chimique) des matériaux étudiés et des techniques expérimentales utilisé (description des modes opératoire employés) dans la confection des différents types de pâte et mortier à base de ciment (CPA65), en variant le pourcentage de gypse.
- Le cinquième chapitre, nous présentons les résultats des essais chimiques et physiques et mécaniques (Surface Spécifique la consistance, prise, résistance par flexion et compression, …

CHAPITRE 1 : DESCRIPTIF DE L'ENTREPRISE ET PROCESSUS DE FABRICATION

1 Présentation générale de la société Ciment du Maroc :

1.1 Heidelberg Cement Group

Depuis le 1er juillet 2016, Ciments du Maroc fait partie de Heidelberg Cement Group. Suite à l'intégration entre Heidelberg Cement et Italcementi, le groupe devient, à l'échelle mondiale, le premier producteur de granulats, le second de l'industrie cimentière et le troisième du marché du béton prêt-à-l 'emploi avec 60 000 collaborateurs travaillant dans plus de 3 000 sites de production à travers 60 pays sur les 5 continents. La capacité totale de production des 156 cimenteries est de près de 200 millions de tonnes de ciment. Heidelberg Cement Group dispose de plus de 600 carrières de granulats et plus de 1 700 centrales à béton. Il devient ainsi l'un des plus grands fabricants intégrés de matériaux de construction dans le monde. [1].

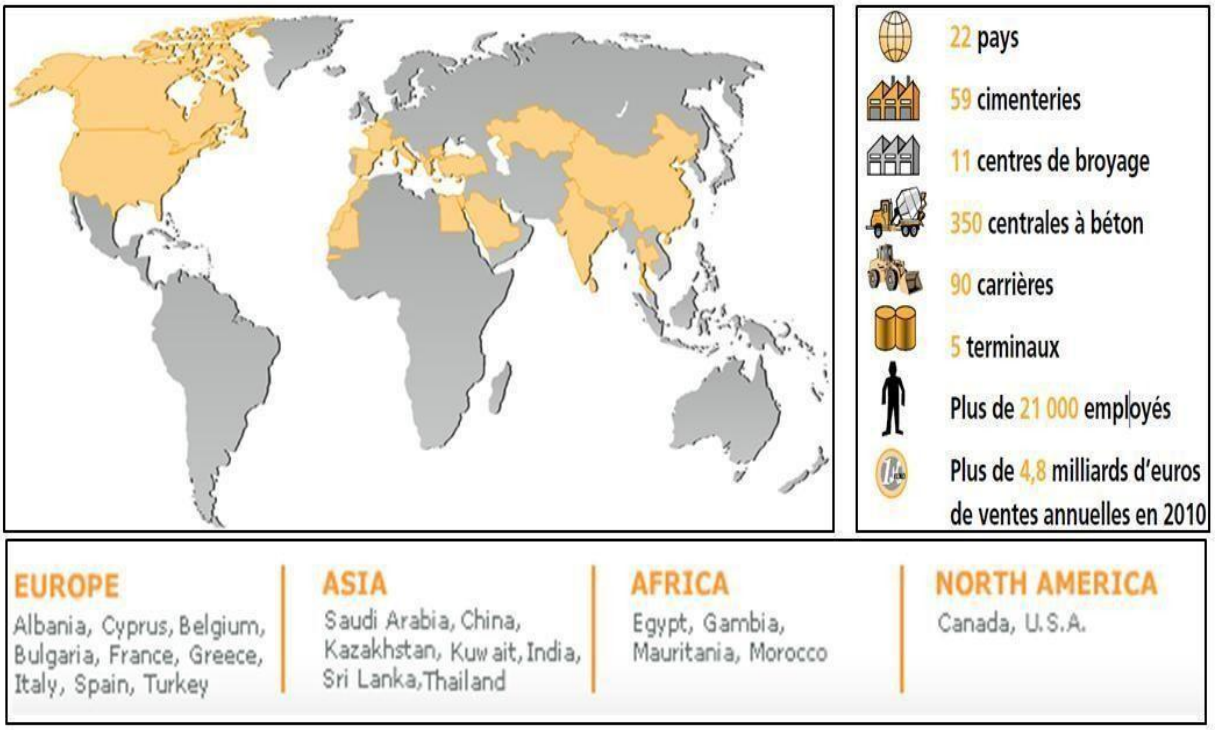

Figure 1 : Géographie mondiale d'Heidelberg

1.2 Ciment du Maroc

Ciments du Maroc, filiale de Heidelberg Cement Group, est le 2ème cimentier au Maroc et le premier opérateur dans le Béton Prêt à l'emploi et les granulats. Le dispositif industriel de Ciments du Maroc se constitue de 3 usines (Aït Baha, Safi et Marrakech) et 2 centres de broyage (Laâyoune et Jorf Lasfar), 5 carrières de granulats et de 30 centrales à béton implantées à travers les principales villes du pays. Ciments du Maroc compte 813 employés répartis entre les activités ciment et matériaux. [1].

1.2.1 Fiche technique de la société Ciment du Maroc :

Tableau 1 : Fiche technique de la société

Nom	Ciments du Maroc
Forme Juridique	Société Anonyme
Date de création	28 Juin 1951
Activité principale	Production et commercialisation de ciments et BPE
Capital	Le capital social est fixé à la somme de 1 443 600 400 DH, divisé en 14 436 004 actions ayant une valeur nominale de 100 DH
Production annuelle	5 000 000 tonnes
Siège Social	621, boulevard Panoramique 20 150 Casablanca Maroc
Effectif	813

1.2.2 Usine Ait Baha

La cimenterie d'AIT BAHA est l'unité nouvelle du groupe Ciments du Maroc, située au pied de l'Anti-Atlas dans la commune d'Imi Mqorn, province de Chtouka Ait-Baha, à 65 km d'Agadir et à 30km de Taroudant. L'usine est située dans la plaine sur une surface de 100ha.Le site a été choisi en fonction de sa position Géographique et de la disponibilité des matières premières. Situé au carrefour des trois grandes provinces de la

région, Agadir, Taroudant et Tiznit, pour assurer l'approvisionnement d'un vaste marché s'étendant d'Agadir jusqu'à Laâyoune.

Mise en service en juillet 2010, l'usine d'Aït-BAHA est l'une des plus modernes cimenteries dans le monde. Elle a bénéficié des technologies les plus économiques et les plus avancées en matière de protection de l'environnement et d'économie de l'énergie et de l'eau.

2 Le processus de fabrication :

Avant d'obtenir le produit fini (le ciment), la matière première du ciment, suit des étapes différentes qui sont des transformations physiques et chimiques. La fabrication du ciment est un procédé complexe qui exige un savoir-faire, une maîtrise des outils et des techniques de production, des contrôles rigoureux et continus de la qualité. La procédure générale de la fabrication du ciment est la suivante :

- La carrière et le concassage.
- La préparation du cru.
- Cuisson de la farine.
- Le broyage du clinker.
- L'ensachage

2.1 Concassage : Préparation de la matière première

L'opération de concassage a pour but de réduire la granulométrie des blocs de pierre en fragments de faibles dimensions (40 à 80 mm), avant d'être acheminés dans un hall de stockage.

Figure 2:Le concasseur

L'unité d'Ait BAHA dispose d'un atelier de concassage de marque Thyssen Krupp des matériaux calcaires.

- Capacité prévue: 1500 t/h
- Taille concassée: 98% < 100 mm

Le Calcaire concassé, est acheminé ensuite par un convoyeur à bande de longueur 1.500 m vers le hall de stockage Calcaire.

Pour les matières premières Argile, minerai de fer, ils sont acheminés au site par des camions transporteur à partir des carrières situées dans la région de Souss Massa ou bien à partir des autres régions du Maroc.

2.2 Les halls de stockage : Préparation de la matière première

- Un hall de stockage calcaire, couvert et équipé d'un système d'extraction automatique, Gratteur- pont et Jeteur, de 20.000 T de capacité.
- Un hall de stockage de matériaux Argile, couvert et équipé d'un système d'extraction automatique Gratteur- pont et Jeteur, de 6.000 T de capacité.
- Un hall de stockage de matériaux Additifs, couvert et équipé d'un système d'extraction automatique 2 Gratteur- pont et un Jeteur, de 4.200 T de capacité.

Figure 3:Les halls de stockage

2.3 Le Broyage de la matière cru

La fabrication du cru consiste à broyer finement un mélange de calcaire et d'argile et de minerai de fer préalablement dosés en présence de gaz chauds provenant du four rotatif. Cette fonction est assurée par un atelier de broyage vertical de matières premières, de marque FLS type Atos x mill 42,5 et de capacité de 400 t/h, Finesse de la farine: 12% > 90 µm.

À la sortie du broyeur, est installé un séparateur (Filtre à manche) permettant de séparer les particules fines et les gaz chauds.

Figure 4:broyeur a cru

2.4 Homogénéisation de la matière Cru :

La farine est homogénéisée par brassage à l'air et stockée dans un silo de capacité 11.000 tonnes puis transportée vers le préchauffeur. L'homogénéisation permet d'obtenir un produit de caractéristiques chimiques, et physiques uniformes qui autorisent la fabrication d'un clinker de qualité constante.

2.5 Cuisson

Pour améliorer le bilan thermique, des échangeurs à cyclone (la Tour préchauffeur) sont utilisés en amont du four pour préchauffer la farine à une température aux environs de 900°C. Le transfert de la chaleur dans les cyclones est dû à l'échange entre les gaz chauds sortant du four et le cru circulant à contre-courant, ce qui permet la décarbonatation du carbonate de calcium pour donner la chaux (CaO) avec dégagement du gaz carbonique (CO2). Ce processus est appelé pré-calcination. Dans le four rotatif, la matière subit des transformations chimiques nécessaires à la fabrication du produit semi-fini « Clinker » [2].

La ligne de cuisson à voie sèche de 5.000 t/j de capacité de clinker, se compose de :

- Un préchauffeur à cinq étages muni d'un pré calcination
- Un four rotatif, avec une faible émission de NOx
- Un refroidisseur de 4ème génération
- Un système de dépoussiérage avec filtre à manches de haute performance

2.6 Le Refroidissement

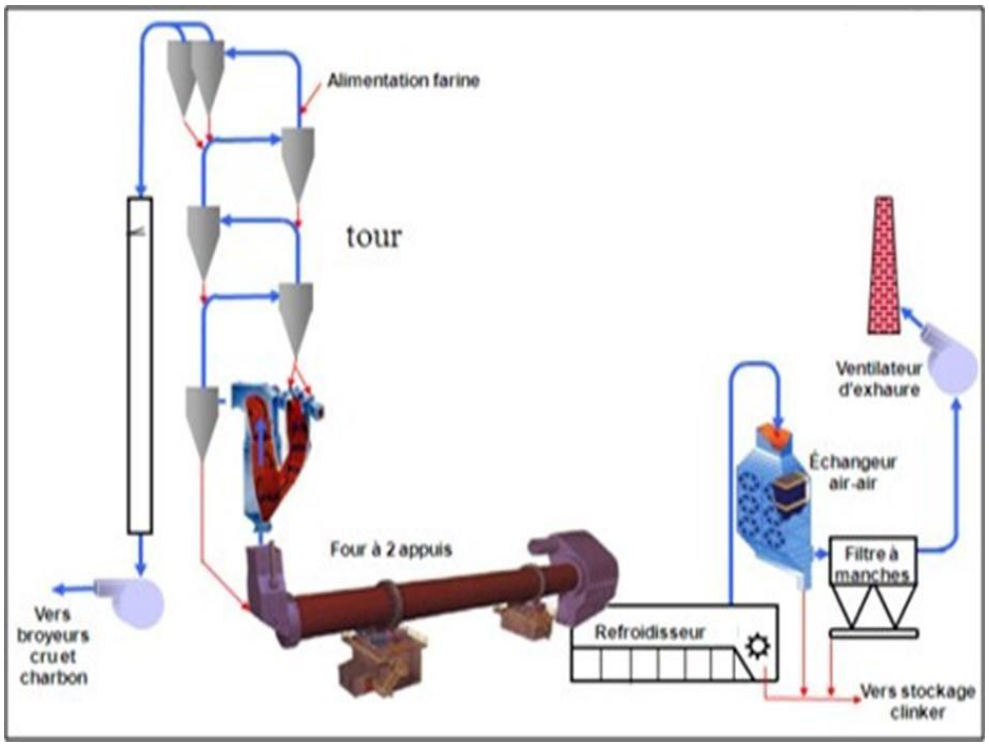

Figure 5:Processus de refroidissement

Sortant du four le clinker, à une température de 1200°C passe par un refroidisseur qui assure trois fonctions principales :

- Refroidir le clinker sortant du four, par l'air frais fourni par des ventilateurs, T = 90°C
- Récupérer le maximum de chaleur contenu dans le clinker,
- Assurer la trempe du clinker par un refroidissement énergétique et rapide

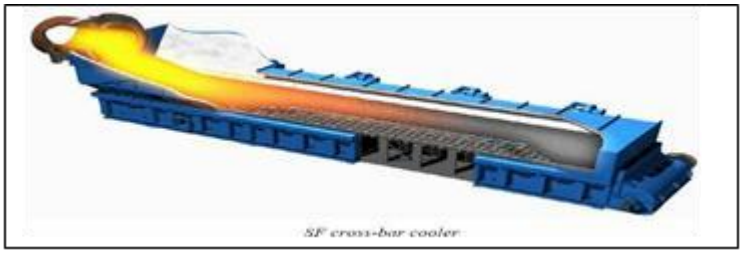

Figure 6:Refroidisseur

Une fois refroidit, le clinker subit une opération de concassage pour réduire la granulométrie

2.7 Stockage clinker

Un stockage clinker couvert de 120.000 tonnes de capacité est équipé d'un système d'extraction automatique et d'alimentation des ateliers de broyage ciment.

Figure 7:Dôme de stockage de clinker

2.8 Broyage de ciment

Pour donner naissance au ciment, le clinker doit être finement broyé avec du gypse (un régulateur de prise) dans des broyeurs verticaux.

L'atelier est équipé de Deux Broyeur Verticaux, constructeur allemand LOESCHE, dont les capacités de chacun sont les suivants :

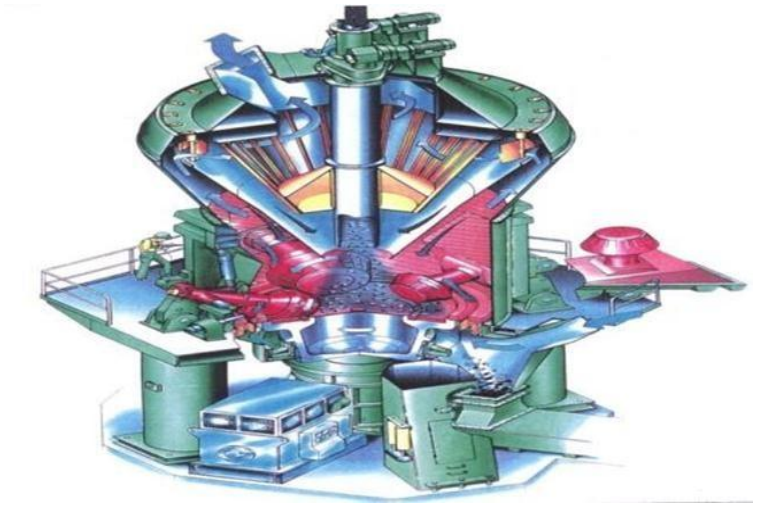

Figure 8:Broyeur à ciment vertical

- **220 t/h** pour la production de CPJ35
- **170 t/h** pour la production de CPJ45

2.9 Stockage de ciments et Expédition

Le ciment fabriqué est transféré vers 4 silos de stockage ciment, double (en total 8 stockages), avec une capacité de 5000 tonnes pour chaque silo central et 7000 t pour chaque silo annulaire (total de 48000 t de ciment), chaque silo est équipé d'un système de chargement vrac. [1].

Figure 9:Silos de stockage du ciment

Grâce à des Aéro-glissières, le ciment est transféré vers l'atelier d'ensachage. Cet atelier est équipé de 5 machines ensacheuses VENTOMATIC, 12 becs, avec une capacité de 3.600 sac/h pour Des sacs de 50 kg. [1].

Figure 10:Machine ensacheuse

Pour le chargement automatique des camions, l'usine dispose de 4 CARICAMAT capacité de 3200 sac/h. Un système de chargement manuel 2200 sac/h et 1 palettiseurs automatique. Un Palettiseur pour le chargement, d'une capacité de 3500sac/h [1]

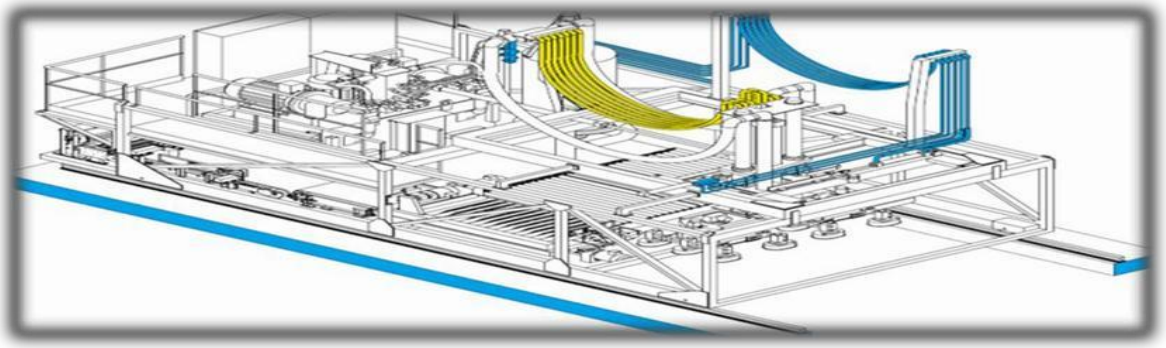

Figure 11:Système de chargement automatique des camions (CARICAMAT)

CHAPITRE 2 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1 Définition du ciment :

Le ciment est un liant hydraulique durcissant à l'air et dans l'eau qui, après hydratation, présente un degré de solubilité très faible. Ce ciment, se présentant sous forme d'une très fine poudre, possède la propriété d'agglomérer des matériaux solides inertes après mélange à l'eau en leur assurant une cohésion et adhésion très fortes. [2].

2 Matières premières et préparation du mélange cru :

Les matières premières nécessaires pour la fabrication de ciment sont :

Calcaire: C'est le carbonate de calcium très largement rependue dans la nature. Il existe sous forme de deux variétés cristallines : la Calcite et l'Asogonite, la forme la plus utilisée est la calcite [4].

Argile: Les composants principaux des argiles sont formés de silicates d'alumine hydratée. L'argile présente sous plusieurs couleurs, la plus pure est blanche appelés « KAOLIN » (AlO_3, $2SiO_2$, H_2O) [4].

Le minerai de fer : est un métal commun qui se trouve dans la croûte terrestre, en combinaison avec d'autres éléments. Le minerai de fer donne du fer métallique (Fe) lorsqu'il est chauffé en présence d'un agent réducteur comme le combustible . Le minerai de fer est habituellement composé d'oxydes et de carbonates de fer. [4].

3 Mécanisme de formation du clinker :

Dans le processus général de cuisson du ciment, on distingue les étapes suivantes :

- Déshydratation des minéraux argileux,
- Décomposition des carbonates de magnésium et de calcium,
- Réactions en solution solides,
- Réactions en présence de la phase liquide,

3.1 Déshydratation du cru :

La farine crue présente un certain taux d'humidité. Le chauffage progressif, dans un domaine de température allant de 100°C à environ 250°C, entraîne l'élimination de l'eau absorbée par les minéraux argileux. Les ions hydroxydes (eau liée chimiquement) que contiennent les minéraux argileux et les hydroxydes de fer et d'aluminium quittent le réseau cristallin. La déshydratation des minéraux argileux se produit dans un large domaine de température allant de 250°C jusqu'à 1000°C et dépend du type de minéral, de la teneur en ajout, des dimensions des grains, de la densité de tassement, de la conductivité thermique de l'atmosphère gazeuse, etc. Mais la cinétique de déshydratation ne joue aucun rôle dans la cuisson du ciment. [4].

3.2 Décomposition du carbonate de calcium et de magnésium :

Le carbonate de calcium, qui constitue la principale matière du cru, et le carbonate de magnésium se décomposent par action de la chaleur, en chaux (CaO) et magnésie (MgO) respectivement, en dégageant le dioxyde de carbone (CO_2) à environ de 900°C.

$$CaCO_3 \longrightarrow CaO + CO_2 \uparrow$$

$$MgCO_3 \longrightarrow MgO + CO_2 \uparrow$$

3.3 Réaction entre solides :

La formation des minéraux du clinker à l'exception de la formation de l'alite (CS) résulte des réactions entre solides. La formation de phase débute avec la déshydratation des minéraux argileux et la décomposition du carbonate de calcium à partir d'une température moyenne des matières d'environ 550 C. La zone des réactions entre solides est limitée vers le haut par l'apparition de la phase liquide du clinker à environ 1250 °C La réaction entre le carbonate de calcium et les composées (la silice, l'alumine et l'oxyde ferrique) commence déjà entre 550 et 600 °C. La déshydratation (450 à 600 °C) et la décomposition (700 à 1000°C) des minéraux argileux conduisent à des oxydes très réactifs ou à des combinaisons

métastables. La décomposition des minéraux argileux et du CaCO3, ainsi que les nouvelles formations des phases par réaction à l'état solide se déroulent parallèlement. Il se forme d'abord des composés pauvres en chaux qui lors de l'élévation de la température, se transforme en composé riche en chaux (C3A) [4].

3.4 Réactions en présence de matière fondue :

A partir de 1250 à 1280 °C d'une température de matière apparait en cours de cuisson une phase liquide. Le clinker fondu. Entre 1200°C et 1450°C il se produit essentiellement une seule réaction la formation de C3S à partir de CaO et C2S. On peut distinguer dans la formation de l'alite (C3S) les étapes suivantes :

- Dissolution de CaO et C2S dans la matière fondue.
- Diffusion des ions des éléments en réactions, à partir de l'endroit où se fait la dissolution vers les endroits où se forment de nouvelles phases.
- Cristallisation de l'alite.

L'alite se forme principalement au cours de la fusion, la quantité et les propriétés du clinker fondu acquièrent une importance de tout premier plan. La réaction de formation du clinker Au-dessous de 1250 C est généralement nommée : clinkérisation. La proportion de clinker fondu, dans une composition chimique normale atteint 20 à 30% à 1450 °C [4].

3.5 Processus de refroidissement du clinker Portland :

Les procédures de refroidissement après cuisson jouent un rôle important sur la forme et la réactivité des constituants du clinker, le refroidissement s'effectue en deux étapes:

- quand la température de cuisson atteint 1450°C, le clinker est refroidi dans le four rotatif jusqu'à 1200 à 1300°C ;
- La deuxième étape se produit dans le refroidisseur à une très basse température afin de figer les différentes phases du produit obtenu et neutraliser leur décomposition, ainsi empêcher entre autres la cristallisation du MgO en périclase.

En cuisson du ciment, on s'efforce par un refroidissement rapide de maintenir autant que possible l'état du clinker à la température maximale pour garantir des teneurs élevées en

C_3S avec une structure cristalline correspondante à une meilleure activité pendant l'hydratation [4].

4 Description du mécanisme de l'hydratation du ciment :

La prise du ciment n'est pas un séchage de la pâte après ajout de l'eau ; il s'agit d'un ensemble de réactions chimiques d'hydratation permettant le passage de la pâte de ciment (ciment additionné d'eau) de l'état liquide à l'état solide [5].

4.1 Hydratation des silicates :

Au contact de l'eau, les silicates tricalcique (Ca_3SiO_5) et les silicates bicalciques (Ca_2SiO_4) se dissolvant sous forme d'ions qui interagissent entre eux et forment des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et de la portlandite ($Ca(OH)_2$).

Le constituant majoritaire du ciment anhydre est le silicate tricalcique C_3S. L'hydratation du C_3S produit un silicate de calcium hydraté, C-S-H ($3CaO.2SiO_2.3H_2O$), et de la portlandite $Ca(OH)_2$ selon la réaction suivante :

$$\mathbf{2(3CaO.SiO2) + 6H_2O \rightarrow 3CaO.2SiO_2.3H_2O + 3Ca(OH)_2.(1)}$$

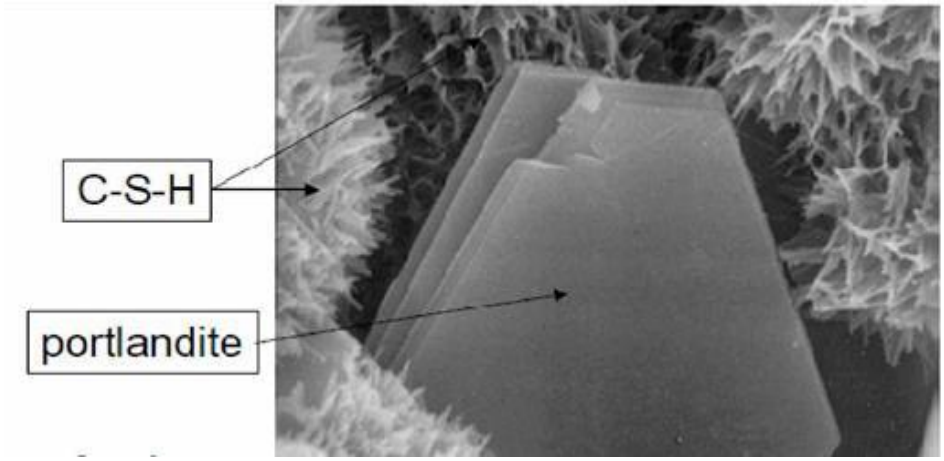

Figure12 : Microscopie Electronique à Balayage de C-S-H et portlandite

Dans le cas du C_3S, la cinétique d'hydratation est la plus lente et la quantité de portlandite formée est plus faible. On résume ci-dessous la réaction d'hydratation de C_2S :

$$2\,(2CaO,SiO_2) + 4H_2O \longrightarrow 3CaO,2SiO_2,3H_2O + Ca\,(OH)_2 \quad (2)$$

4.2 Hydratation des Aluminate tricalcique :

Les aluminates réagissent immédiatement avec l'eau. Les hydrates cristallins tels que le C_4AH_{13} ($4CaO,Al_2O,13H_2O$) et C_2AH_8 ($2CaO,Al_2O,8H_2O$) sont formés rapidement avec libération d'une grande quantité de chaleur. Leur formation génère un raidissement de la pâte, si cette réaction n'est pas freinée, le ciment ne serait pas utilisable pour la plupart des travaux de construction. C'est pourquoi on utilise le gypse (comme source de sulfate) qu'on ajoute lors du broyage, pour inhiber l'hydratation des aluminates. En absence de gypse les aluminates réagissent avec l'eau comme suit:

$$2C_3A + 21\,H_2O \rightarrow 2CaO,Al_2O,8H_2O + 4CaO,Al_2O,13H_2O \rightarrow 2\,(3CaO,Al_2O_3,6H_2O) + 9H_2O \quad (3)$$

À température ambiante, les deux hydrates hexagonaux C_2AH8 **($2CaO,Al_2O,8H_2O$)** et C_4AH13 (**$4CaO,Al_2O,13H_2O$**) subsistent pendant 24 heures ou plus. Avant de se transformer en C3AH6 cubique.

C'est cette réaction qui est la principale cause de la prise éclair des pâtes de ciment portland quand il y a peu ou pas de gypse [5].

En présence de gypse et de chaux, comme c'est le cas dans les pâtes de ciment, l'eau dissout une certaine quantité de CaSO4 et de chaux pour former une solution alcaline de sulfate de calcium Une réaction entre le sulfate de calcium en solution et les ions aluminate résultant de la dissolution du C3A se produit pour former l'ettringite ($(CaO)_6\,(Al_2O_3)\,(SO_3)_3,\,32H_2O$) selon la réaction :

$$3CaO,\,Al2O3 + 3CaSO_4 + 32H_2O \rightarrow ((CaO)_6\,(Al_2O_3)\,(SO_3)_3,\,32H_2O) \quad (4)$$

Une fois tout le gypse consommé, ou s'il n'en reste pas assez pour former de l'ettringite, il y a beaucoup d'hydroxyde de calcium provenant du CaO libre et des phases silicates qui réagit avec ettringite pour produire le mono sulfate selon la réaction:

$$((CaO)_6 (Al_2O_3) (SO_3)_3, 32H_2O) + 2((CaO)_4,Al_2O_3,13H_2O) \rightarrow 3(3CaO_3,Al_2O_3,CaO,SO_3,12H_2O) + 2CaO,H_2O + 20\ H_2O \quad (5)$$

Tant qu'il y a encore du C_3A anhydre, le C_4AH_{13}; continue à se former et le produit final de l'hydratation du C_3A du ciment est le mon sulfate[5].

CHAPITRE 3 : ETUDE DU PROBLEME

1 Introduction

Le CPA 65 est un ciment pur conforme à la norme NM 10.1.004, il doit contenir un pourcentage minimum de clinker de 95 %. Ses hautes performances mécaniques particulièrement les résistances à la compression développée à 24 heures, lui permettent d'être utilisé pour les bétons très sollicités ou nécessitant un décoffrage rapide ; la préfabrication des blocs, des éléments en béton armé ou précontraint.

L'étude des causes de la diminution de la résistance du CPA 65 à court terme s'est opérée comme suit : en premier lieu identifier le problème et l'élaboration d'un diagramme de causes, afin de dégager les principaux facteurs qui diminuent la résistance à la compression. Nous abordons, en second lieu, l'analyse et l'interprétation de ces résultats.

5 Etude de la chute de la résistance lors de la fabrication de CPA65 :

5.1 Définition du problème :

5.1.1 Définition de l'outil QQOQCP :

La méthode QQOQCP permet d'avoir sur toutes les dimensions du problème, des informations élémentaires suffisantes pour identifier ses aspects essentiels. Elle adopte une démarche d'analyse critique constructive basée sur le questionnement systématique. [6].

Il s'agit de poser des questions de manière systématique de façon à ne pas oublier aucune information connue :

- Qui : Quels sont les personnes, services et sites concernés par la situation ?
- Quoi: Quels sont les éléments, actions, opérations qui caractérisent la situation ?

- Où : Où se passe la situation, à quel endroit ?
- Quand : Quand se passe la situation : date, mois, jour, poste, ... ?
- Comment : Comment se déroule la situation ?
- Pourquoi: Pourquoi réaliser telle action ? Pourquoi respecter telle procédure ?

5.1.2 Application de l'outil QQOQCP

Le tableau ci-dessous résume les résultats obtenus :

Tableau 2: résultat de l'application de l'outil QQOQCP

Qui	❖ **Service Qualité : Responsable qualité, chef laboratoire et opérateurs.** ❖ **Stagiaire.**
Quoi	❖ **La non-conformité de la résistance à la compression de la qualité de ciment CPA 65 lors des essais de fabrication.**
Ou	❖ **Ciments du Maroc- Service Qualité.**
Quand	❖ **Durant les essais de fabrication de la CPA65 à l'échelle industrielle.**
Comment	❖ **En mettant des actions correctives en place.**
Pourquoi	❖ **Améliorer la résistance à la compression du CPA 65.** ❖ **commercialiser la CPA 65.**

5.2 Identification des causes :

5.2.1 Définition de l'outil ADC:

L'arbre des causes est un outil clef de représentation graphique des causes d'un problème. Il permet d'aller en profondeur dans l'analyse en explorant l'ensemble des causes d'un problème. Les causes sont souvent multiples et représentées sur plusieurs niveaux. Les causes "profondes" sont celles sur lesquelles il faut agir pour éviter que le problème ne survienne à nouveau. Plusieurs méthodes sont possibles pour l'analyse des causes, la question clef étant à chaque fois "Pourquoi ?" [7].

5.2.2 Application de l'outil ADC :

Afin de détecter les causes racines responsable de la chute de la résistance à la compression de la qualité de ciment CPA 65, nous avons appliqué l'outil

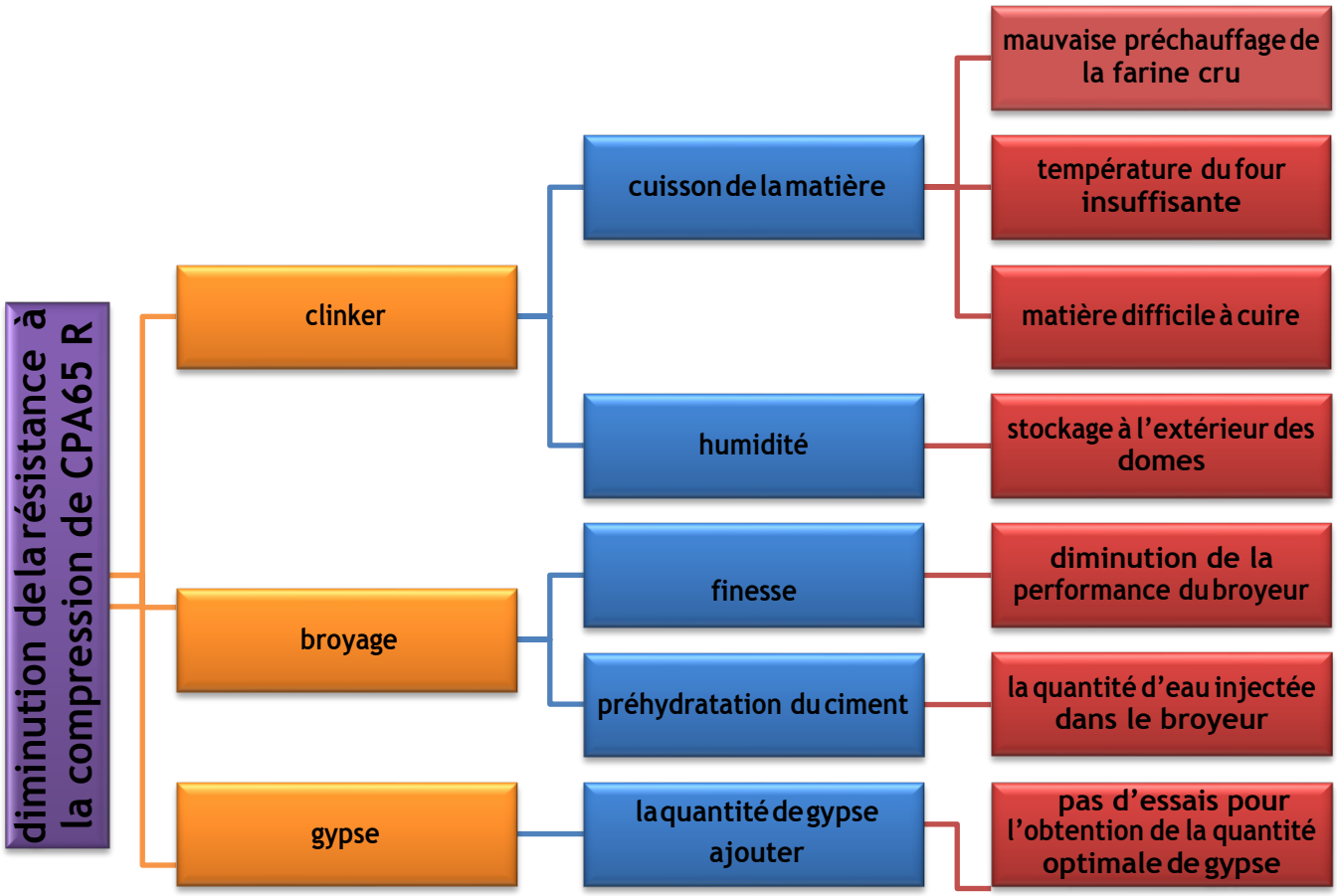

Figure 13: Arbre des causes racine.

5.2.3 Analyse des résultats :

L'arborescence des causes racines nous a donné une vision détaillée et approfondie de l'ensemble des causes de la chute de la résistance à la compression de la CPA 65.

Afin de mener une étude efficace, nous avons choisi de l'ensemble des causes exprimés sur l'arbre des causes, ceux qui influencent le plus sur la résistance à la compression de la CPA65 en les regroupant selon 3 catégories :

- Causes à l'origine de clinker.
- Causes à l'origine de broyage.
- Causes à l'origine de gypse

Cuisson de la matière: il consiste à placer le cru dans un système de cuisson afin de produire le clinker, quand le processus de cuisson n'est pas maitriser il inhibe la formation de l'alite phase responsable de développement des résistances à la compression de ciment.

L'humidité: est la présence d'eau ou de vapeur d'eau dans l'air ou dans une substance. Plus la matière n'est humide, elle devient plus difficile à broyer. Quand le clinker utilisé sort directement du four, il est à une température relativement élevée par rapport aux autres composants, cette variation de température entraine l'humidité de la farine

L'injection d'eau : Il sert à stabiliser le lit de la matière sur le plateau de broyage. Pourtant la quantité de l'eau injectée doit être très faible pour qu'elle n'influence pas les conditions thermiques du broyeur et les réactions d'hydratation du ciment.

La finesse : du produit fini diffère selon la qualité du produit. Chaque qualité exige une finesse bien déterminée. Quand la taille des particules est plus grande, elles nécessitent plus d'efforts pour le broyage et un débit plus bas.

Le gypse , qui joue le rôle d'un régulateur de prise qui retarde la formation d'aluminate de calcium hydraté en donnant d'abord du trisulfoaluminate de calcium hydraté (ettringite) .Cette ettringite, dite primaire, ne provoque pas de gonflement car elle cristallise avant le durcissement du béton, dans les espaces libres du matériau. Ces cristaux d'ettringite ont même un caractère bénéfique, puisqu'ils contribuent à la cohésion de la pâte de ciment au jeune âge leur formation diminue sa porosité et contribue à l'augmentation de sa résistance mécanique.

5.2.4 Solutions pour limité l'effet des causes responsable de la chute de la résistance à la compression

Tableau 3 : solution proposés pour limités les facteurs influencent les résistances

Cause	Mode d'action
Humidité	-Eviter le stockage à l'extérieur du dôme.
Cuisson de la matière	- Assurer un préchauffage efficace soit en augmentant le temps de séjour de la matière dans les cyclones ou bien le flux de gaz chaux. -Augmenter la quantité de coke .
Finesse	-Ajouter un agent de mouture. - Diminuer le débit de matière à broyer.
Le taux de Gypse	-Faire un test de gypsum afin de trouver l'optimum de gypse qui doit être ajouté pour avoir des résistances élevé. -Stoker le gypse dans un milieu de température moyen pour éviter ca déshydratation
L'hydratation du ciment au niveau du broyeur	-Diminuer le débit d'eau injecté dans le broyeur.

CHAPITRE 4: MATERIELS ET METHODE

1 Introduction :

L'ajout de sulfate de calcium au clinker est essentiel car sans lui le C3A présente une grande réactivité dans l'eau entrainant dans le cas d'une pâte, un phénomène de prise rapide liée à la précipitation des hydro aluminates de calcium ou AFm.

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 dans la détermination expérimentale de l'optimum de sulfatage de la qualité de ciment CPA65, un optimum qui permet d'atteindre les meilleures résistances mécaniques aux échéances souhaités (en particulier à court terme) .

1 Détermination de l'optimum de gypse de CPA 65 :

1.1 Elaboration d'un ciment Portland CPA65

Afin de fabriquer un ciment Portland, les principaux composants : clinker, gypse, fournis par la cimenterie ait Baha, ont été ramenés au laboratoire, caractérisés, broyés et homogénéisés. Les caractéristiques physico-chimiques de ces matériaux sont les suivantes :

1.1.1 Le clinker :

Le clinker résultant de la cuisson d'un mélange composé de 80 % de calcaire et 20 % d'argile et minerai de fer. La matière brusquement refroidie se présente sous forme de granules, son broyage donne naissance au ciment

Tableau 4 : composition chimique du clinker

Elément	Proportion (%)
SiO_2	20,7

Al_2O_3	4,89
Fe_2O_3	4,15
CaO	65,20
MgO	1,32
SO_3	1,46
K_2O	1,70
Na_2O	0,15
P_2O_5	0,14
PAF	0,15

1.1.2 Le gypse :

Le gypse, utilisé dans le cadre de cette étude comme ajout au clinker provient de Safi. Le sulfate de calcium di hydraté $CaSO_4,2H_2O$ est la matière première utilisée dans la fabrication du ciment en tant que régulateur de prise. Ses propriétés chimiques est présentée dans le tableau 5.

.

Tableau 5 : propriétés chimiques du gypse

Humidité	**1.7 %**
Perte au feu	23.83 %
SO_3	38.70 %
Pureté	83.22 %

1.2 Formulation des ciments

1.2.1 Composition pondérale des différentes variantes de ciment :

Les ciments utilisés dans tous les essais ont été préparés au niveau du laboratoire de la cimenterie ait Baha. Leurs composants (clinker, gypse) ont été broyés séparément (de l'ordre de micron) dans un broyeur de laboratoire. Ces matériaux ont été mises dans des sacs puis mélangés, selon des proportions bien définies, afin d'obtenir des produits plus ou moins homogènes. Les différentes variantes de ciment sont résumées dans le tableau ci-dessous

Tableau 6: Compositions pondérales des 6 ciments préparés

Date	Numéro d'essai	Clinker (%)	Gypse (%)
20/03/2018	1	97.5	2.5
22/03/2018	2	97	3
26/03/2018	3	96.5	3,5
28/03/2018	4	96	4
29/03/2018	5	95.5	4,5
02/04/2018	6	95	5

Dans cette partie, La quantité initiale du clinker a été 97.5%. Dans le but d'étudier l'influence de la teneur en gypse, plusieurs pourcentages ont été choisis (tableau 9) . Pour avoir une idée approfondie sur cette influence du taux de sulfatage, l'étude concernera les ciments anhydres, les pâtes de ciment ainsi que les mortiers.

1.3 Essai sur ciment préparés:

Afin de s'assurer de la conformité de la qualité de ciment produite, des analyses physico-chimiques sont effectués au niveau de laboratoire.

1.3.1 Analyse complète par FLUO-X

1.3.1.1 Principe

L'analyse chimique par fluorescence X a été effectuée au laboratoire de la cimenterie ait Baha. Cette analyse a été conduite sur les différents matériaux (clinker, gypse, différentes variantes de ciment). La méthode d'analyse par spectrométrie de fluorescence des rayons X a pour objectif la détermination des éléments que contient un matériau. Mesure de l'intensité de raies caractéristique du spectre de fluorescence des rayons X produit par les éléments à doses Pour atténuer l'influence des effets liés à la minéralogie, à la granulométrie et aux interactions possibles entre les éléments présents, l'échantillon est dilué par fusion dans un mélange fondant de composition appropriée.

1.3.1.2 Appareillage :

- Spectromètre à rayons X,

- Dispositif de chauffage permettent d'effectuer d'une manière plus ou moins automatisée la fusion du mélange à analyser,
- Creuset de fusion de capacité appropriée,
- Moule pour le moulage du mélange fondu sous la forme classiquement dénommée "perle",

1.3.1.3 Préparation de la perle

- peser 1.5g de prise d'essai du produit à analyser,
- Mélanger la prise d'essai avec le fondant (lithium tétraborate),
- Le mélange homogénéisé est déposé dans le creuset de fusion et amené jusqu'à la fusion complète, Une agitation périodique du creuset permet d'homogénéiser le liquide formé,
- Le verre obtenu est refroidi jusqu'à ce que la perle se détache du moule, puis la perle démoulée est laissée jusqu'à l'équilibre avec la température ambiante,
- En dernière étape, on procède à l'analyse par fluorescence X en utilisant le programme correspond à l'échantillon à analyser,
- Les résultats d'analyse des différents éléments sont exprimés en pourcentage,

1.3.2 Mesure de la surface spécifique de Blaine SSB des ciments :

La justesse et la précision de la détermination de la finesse du ciment dans une cimenterie sont essentielles pour garantir les propriétés requises du ciment tout en optimisant au quotidien la production de la cimenterie en termes des coûts et de tonnage.

1.3.2.1 Principe de l'essai :

Elle consiste à mesurer le temps mis par une quantité d'air pour traverser un lit de ciment compacté à une dimension et une porosité spécifiée.
La surface massique est proportionnelle au temps mis pour traverser la couche de ciment.

1.3.2.2 Appareillage :

- Périphérique Blainemèter,

- Balance d'analyse avec précision de 0,001 g,
- Entonnoir, coupelle métallique pour le pesage de l'échantillon, brosse,
- Papier-filtre circulaire de même diamètre que l'intérieur de la cellule.(diamètre moyen des pores 7 µm,
- Chronomètre, précision de 1% et thermomètre à prévoir seulement avec les instruments de mesure Blaine manuels,

1.3.2.3 Mode opératoire

- Tapoter tout doucement la cellule pour niveler la couche supérieure du ciment,
- Placer un autre papier filtre au-dessus de la couche,
- Tasser avec précaution à l'aide du piston réservé à cet effet,
- Vérifier le niveau du liquide du nanomètre qui soit affleuré au trait inférieur,
- Aspirer lentement au moyen de la poire l'air du tube jusqu'à ce que le niveau du liquide,

  atteint le trait supérieur fermer le robinet,
- mettre en marche un chronomètre sensible au cinquième de seconde quand le niveau du liquide atteint le deuxième trait l'arrête quand le niveau atteint le troisième trait noter le temps écoule ainsi que la température de la pièce faire trois mesures prendre la moyenne arithmétique des trois temps,
- Lire directement en fonction du temps, sur le tableau donnant SSB en fonction du temps,

1.3.1 Essai de la détermination de la consistance normale :

1.3.1.1 Principe de la méthode de consistance normale :

La pâte normale est une pate pure de consistance normale, c'est à dire qu'en opérant avec l'appareil de Vicat la lecture donnant l'épaisseur de la pâte restant entre l'extrémité inferieur de la sonde et de la fonde du moule quand celle-ci a cessé de s'enfoncer sous son propre poids est de 6 ± 1mm.

La consistance a été évaluée en mesurant l'enfoncement d'une aiguille cylindrique de Ø = 10mm sous l'effet d'une charge constante (300g). L'enfoncement est d'autant plus rapide et important que la consistance est plus fluide.

1.3.1.2 Appareillage :

- Balance de précision 1,0 g,
- Cylindre gradué ou burette,
- Malaxeur, conforme à la norme NM 10.005,
- Moule tronconique doit répondre aux spécifications à la norme NM 10.005,
- L'appareil de Vicat conforme spécifications à la norme NM 10.005,

1.3.1.3 Mode opératoire

a) Malaxage de la pâte de ciment :

- Peser 500 g de ciment à ±1 g près,
- Prendre certaine quantité d'eau, par exemple 125 g. Lorsque l'eau est mesurée en volume à l'aide de la burette ou du cylindre gradué l'introduire dans la cuve du malaxeur,
- Ajouter soigneusement le ciment à l'eau pour éviter toute perte d'eau ou de ciment,
- comme le temps zéro. Mettre le malaxeur en marche immédiatement et le faire tourner à vitesse lente pendant 90 secondes,
- Au bout de ces 90 s, arrêter le malaxeur pendant 30s durant lesquelles toute la pâte adhérant à la cuve au-delà de la zone de malaxage doit être grattée et remise dans la gâchée,
- Remettre alors la machine en marche à vitesse lente une nouvelle durée de 90 secondes. Le temps total de fonctionnement est de 3 minutes,

b) Remplissage du moule

- Introduire immédiatement la pâte dans le moule, préalablement placé sur une plaque de verre plane, légèrement graissée et le remplir sans tassements ni vibrations excessives.

- Enlever l'excès de pâte par un mouvement de va et vient effectuer avec précaution, avec un outil présentant un bord droit de façon à avoir la face supérieure de la pâte lisse.

c) Essai de pénétration

- Régler l'appareil de Vicat au préalable muni de la sonde,
- Placer le moule et la plaque de base sur l'axe de la sonde de l'appareil de Vicat, abaisser la sonde avec précaution jusqu'au contact de la surface supérieure de la pâte, observer une pause de 1 à 2 secondes pour éviter de donner une vitesse initiale ou une accélération forcée aux parties mobiles,
- Libérer alors les parties mobiles de la sonde (la sonde doit pénétrer verticalement au centre de la pâte) La libération de la sonde doit avoir lieu 4 minutes après l'instant zéro,
- Effectuer la lecture de l'échelle à la fin de pénétration ou 30 secondes après la libération,
- La lecture doit être acceptée si elle est de (6 ± 1 mm) du bord inférieur de la sonde de la surface inférieure de la pâte,
- Reprendre les essais avec d'autres quantités d'eau, si ces valeurs ne sont pas réalisées,

1.3.2 Essais de prise

1.3.2.1 Mode opératoire :

L'essai de prise a pour but de déterminer le temps de prise c'est à dire la durée qui s'écoule entre l'instant ou le liant a été mise en contact avec l'eau de gâchage et le début de prise.

a) Préparation et conservation de l'éprouvette ;

Remplir immédiatement le moule tronconique avec la pâte normale et araser la surface au moyen d'une truelle prenant appui sur le bord du moule perpendiculaire à la surface et déplacée d'un mouvement de scie de faible amplitude immerger dans l'eau le moule rempli de pate normale et le placer dans l'armoire humide.

b) Détermination du début de prise :

L'aiguille de Vicat descendue perpendiculairement à la surface de la pâte et immobilisée pendant un court d'arrêt quand elle entre en contact avec cette surface, est abandonnée à elle-même sans vitesse initiale. Observer l'enfoncement de l'aiguille, les observations sont renouvelées jusqu'à constatation du début de prise ces différentes observations sont effectuées sur moule immergé ou extrait de l'ambiance de conservation pendant un temps ne dépassant pas 10mn et en points différents les points de mesure doivent être écartés d'au moins de 10 mm lune de l'autre et de la paroi du moule.

1.3.3 Essai de la résistance à la compression :

1.3.3.1 Méthode de réalisation des éprouvettes

Moulage des éprouvettes sont moulées au moyen de l'appareil à chocs conformément au mode opératoire suivant :

Le malaxage du mélange mortier étant terminé disposé celui-ci sur une plaque non réactive au liant et non absorbante former une galette approximativement rectangulaire le partager en 6 fractions sensiblement égales.

Le moule ayant été muni de sa hausse le fixer sur la table à chocs introduire dans chacun des 3 compartiments une fraction de la galette égaliser la surface du mortier au moyen de la raclette maintenue verticale déplacée dans un double aller et retour en prenant appui sur le bord supérieur de la hausse mettre la machine en marche pour 60 chocs .

Recommencer les mêmes opérations pour la deuxième couche après 60 nouveaux chocs le moule et la hausse sur une faible hauteur sont rempli de mortier.

Le molle étant retiré de la machine et débarrassé de sa hausse araser le mortier avec l'arête d'une règle métallique plate maintenue verticale et déplacée par un mouvement de scie de faible amplitude et perpendiculaire à la longueur des éprouvettes.

1.3.3.2 Conservation des éprouvettes :

a) Conservation des éprouvettes

- Conservation avant démoulage

Le moule rempli de mortier marqué et recouvert d'un couvercle est placé jusqu'au moment du démoulage dans une armoire humide à la température de 20°C ± 1°C dont l'humidité relative , aussi voisine que possible de la saturation est au moins 90°C

- Conservation dans l'eau

Cette conservation est utilisée pour les éprouvettes d'essais mécaniques une fois démoulées et marquées et éventuellement pesées, les éprouvettes sont conservées entièrement immergées dans l'eau.

Elles doivent être sortie de l'eau moins de 15 minutes avant les essais elles sont alors essuyées avec un chiffon propre.

b) Démoulage des éprouvettes prismatiques

Le démoulage qui intervient entre les deux périodes de conservation est exécuté entre 20 et 24 heures après la mise en moule.

1.3.3.3 Mesure de la résistance à la flexion

La résistance à la flexion peut être mesurée au moyen d'une machine d'essai de résistance à la flexion ou en utilisant un dispositif approprié dans une machine d'essai de résistance à la compression. Dans les deux cas, l'appareil d'essai pour la détermination de la résistance à la flexion doit permettre d'appliquer des charges jusqu'à 10 kN avec une précision égale à ± 1,0 % de la charge enregistrée, à une vitesse de mise en charge de (50 ±10) N/s. Pour chaque essai, 3 éprouvettes ont été testées, la valeur retenue présente la moyenne des trois.

1.3.3.4 Mesure de la résistance à la compression

Les essais de compression ont été effectués sur une presse de type Perrier d'une charge de 200KN asservie en chargement de 2400 N/s ± 200 N/s. Pour chaque essai, les 6 demi-éprouvettes obtenues après l'essai de flexion ont été testées. La valeur retenue présente la moyenne des six.

Chapitre 5 : RESULTATS EXPERIMANTEAUX ET DISCUSSIONS

1 Résultats expérimentaux et discussions :

1.1 Analyses chimiques des différents ciments préparés :

Les résultats de l'analyse chimique par fluorescence des 6 ciments de l'essai de gypsage préparés à l'échelle de laboratoire de la cimenterie Ait Baha sont présentés dans le Tableau ci-dessous :

Tableau 7 : composition chimiques des ciments préparés en pourcentage (%)

Echantillon	1	2	3	4	5	6
SiO_2	21,25	20,63	20,05	19,21	19,05	19,00
Al_2O_3	5,19	5,23	5,29	5,31	5,36	5,42
Fe_2O_3	3,93	3,8	3,75	3,72	3,65	3,6
CaO	65,9	65,2	64,3	63,82	63,06	62,81
MgO	1,35	1,45	1,62	1,83	1,89	1,98
SO_3	2,3	2,5	2,71	2,89	3,08	3,27
K_2O	0,42	0,49	0,52	0,56	0,63	0,67
Na_2O	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15	0,16
P_2O_5	0,17	0,15	0,12	0 ,17	0,18	0,13

La composition chimique est un facteur déterminant de la résistance des ciments aux agents agressifs. On voit que le pourcentage en teneur d'anhydride sulfurique (SO3) est inférieur à 4%.Ceci est conforme à la norme NM 100.10.04.

1.1.1 Influence du Taux de gypse sur les Teneurs en Oxydes :

Le Tableau (7) et les Figures (14 et 15) représentent la variation des taux des principaux oxydes (la silice, la chaux, le magnésium, les alcaline k_2O) dans le ciment en fonction du taux de gypse. On note que La variation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant :

- Le taux d'oxyde de silice (SiO2) et la chaux (CaO), diminuent.
- Le taux des oxydes de (K2O, MgO, SO3) augmentent proportionnellement avec l'augmentation de gypse .

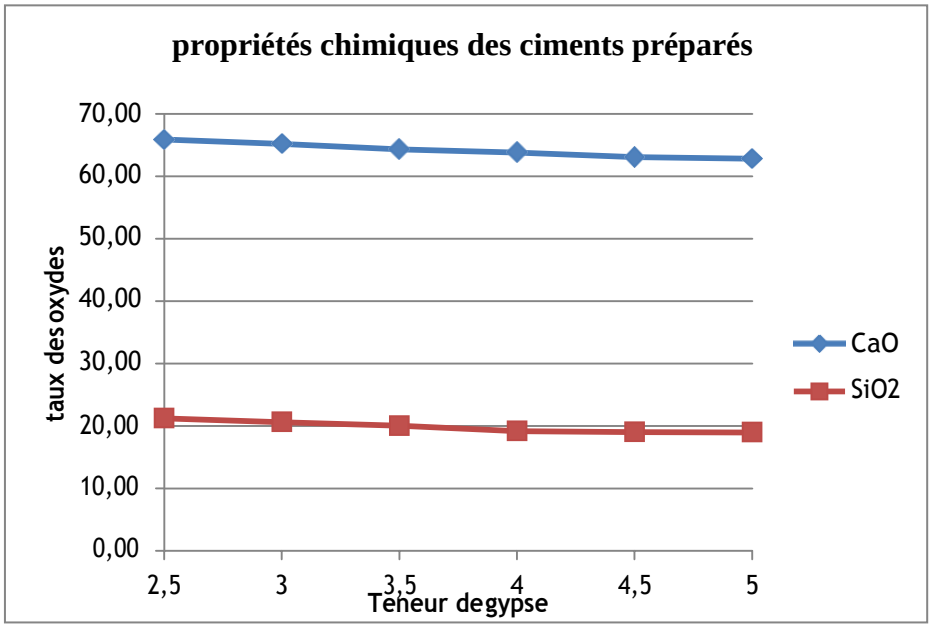

Figure 14: Variation de la teneur des oxydes (CaO- SiO2) en fonction du taux de gypse.

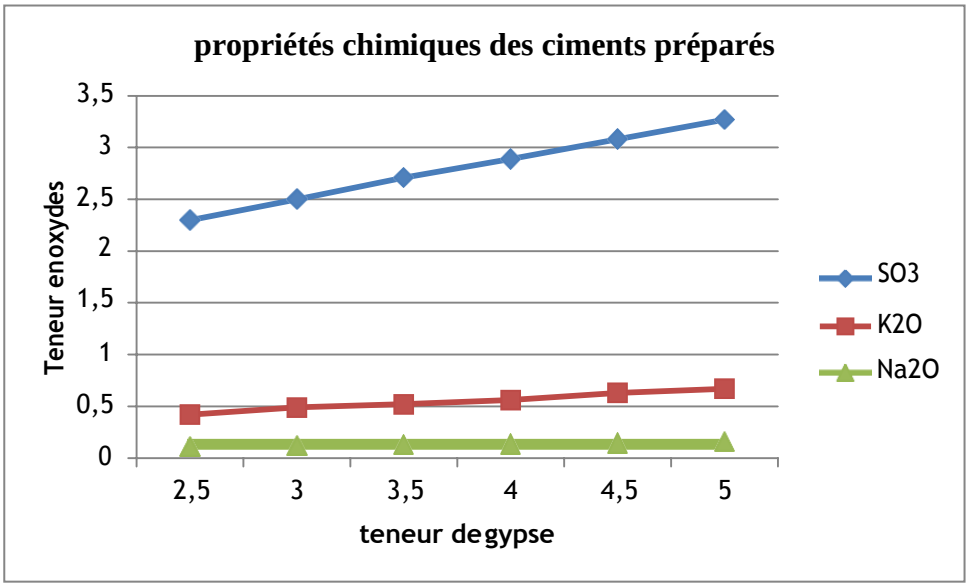

Figure 15: Variation de la teneur des oxydes (MgO-SO_3-K_2O) en fonction du taux de gypse.

1.1.2 Influence du Taux de gypse sur la Surface Spécifique (SSB) du Ciment :

Les résultats expérimentaux obtenus tableau 8 présentent l'effet du taux du gypse sur la surface spécifique Blaine. la surface spécifique Blaine des ciments préparées avec les différents pourcentages de gypse est mesurée en utilisant l'appareil de Blaine mètre.

Tableau 8 : surface spécifique Blaine des ciments préparés

Echantillon	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**
SSB (cm^2/g)	3120	3652	3894	4008	4015	4120

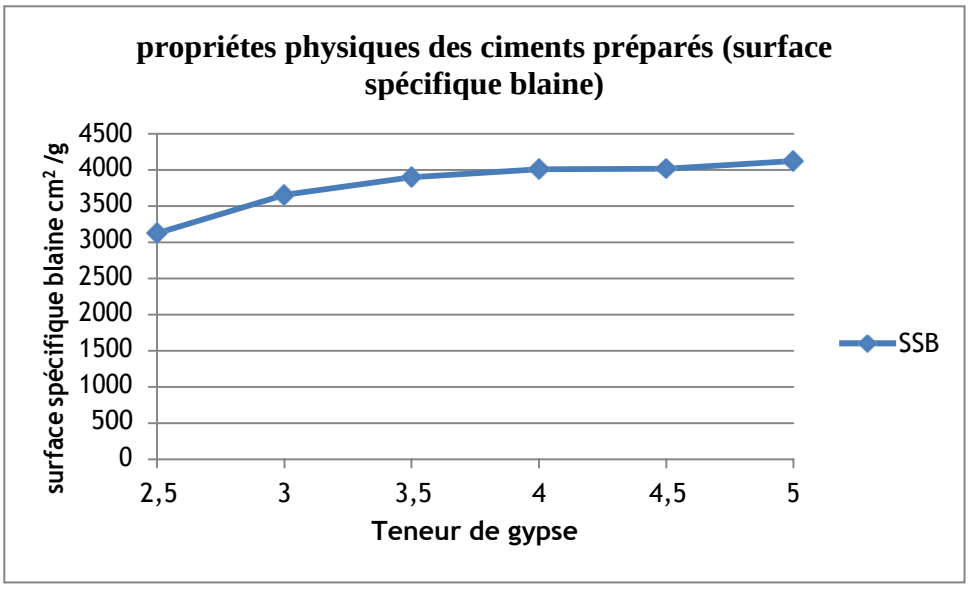

Figure 16: Variation de la surface spécifique de ciment en fonction de taux du gypse.

Les résultats de la Figure (16) présentent l'effet de l'addition de gypse sur la surface spécifique du ciment, la conclusion suivante peut être tirée: augmentation de la surface spécifique avec l'augmentation du pourcentage de gypse dans le ciment.

Selon les résultats obtenus (figure 16 et tableau 8), on note que l'augmentation de la quantité de gypse incorporé dans le ciment à un effet significatif sur le surface spécifique de (Blaine) des ciments préparés, ceci peut être dû :

- à la porosité crée par la substitution partielle du clinker par le gypse (taux de substitution de gypse) et la densité de gypse. (densité de gypse = 2,56±0.1 g/cm^3).
- à la broyabilité de gypse (facile à broyé) de (5000 ± 100 cm²/g) par apport le clinker difficile à broyé de (3900 ± 100 cm²/g) (le gypse joue un rôle d'adjuvant de mouture et facilite le broyage de ciment)

1.2 Influence du Taux de gypse sur la Pâte de Ciment :

1.2.1 Influence du taux de gypse sur la Consistance Normale :

Les résultats expérimentaux obtenus Figure12 et tableau 9 présentent l'effet du taux du gypse sur la consistance normale de ciment. La demande de l'eau des pâtes des ciments préparées avec les différents pourcentages de gypse est mesurée en utilisant l'essai d'aiguille de Vicat.

Tableau 9 : demande d'eau des pates des ciments préparés

Echantillon	1	2	3	4	5	6
% d'eau	26.8	27.7	28.2	29.5	30 .1	30.3

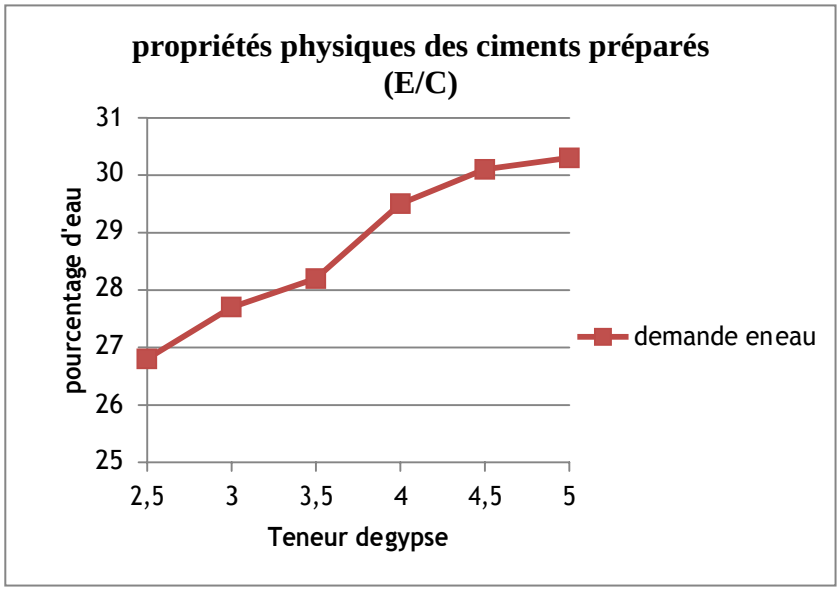

Figure 17 : Variation du Rapport E/C (demande en eau) en fonction du taux de gypse.

Selon les résultats obtenus (Figure 17), on note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment engendre l'augmentation de la quantité d'eau nécessaire pour avoir une pâte de consistance normale, ceci peut être dû à la porosité de l'ajout de gypse et donc à un fort appel aux molécules d'eau afin de mouiller toute la surface.

1.2.2 Influence du Taux de gypse sur le Temps de Prise :

Les résultats expérimentaux obtenus (Figure 18 et tableau 10) présentent l'effet du taux de gypse sur le temps de prise de la pâte de ciment. L'essai consiste à suivre l'évolution de la viscosité de la pâte en utilisant l'appareil de Vicat.

Tableau 10 : temps de prise des ciments préparés

Echantillon	Temps de début de prise (min)
1	163
2	172
3	180
4	160
5	154
6	145

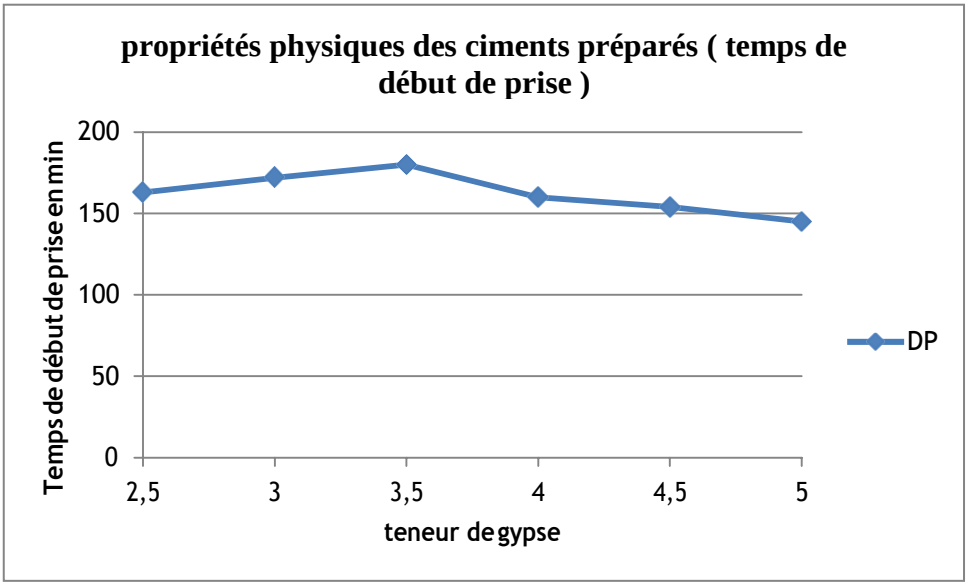

Figure 18: Variation des Temps de prises en fonction de taux du gypse

Selon les résultats obtenus (Figures 18 et tableau 10), on note que l'augmentation du pourcentage de gypse incorporé dans le ciment a l'effet suivant:

- augmentation de temps de début de prise à partir du taux minimale 2.5% de gypse jusqu'au le point d'ajout gypse 3.5% dû à l'hydratation des C_3A avec le gypse , (le gypse qui joue le rôle d'un régulateur de prise qui retarde la formation d'aluminate de calcium hydraté en donnant d'abord du trisulfoaluminate de calcium hydraté (ettringite).

- diminution de temps de début prise à partir du point 4 % de gypse jusqu'au le point 5% de gypse sous l'effet de l'excès du gypse.

1.2.3 Influence du Taux d'gypse Sur La résistance a la compression

La Figure (19) et le tableau (11) montrant le développement des performances des mortiers contenant différents pourcentages du gypse dans le ciment (effet chimique) en fonction des différents âges.

Tableau 11 : résistances à la compression des ciments préparés

Echantillon	SO_3%	RC (1j) MPA	RC (2j) MPA	RC (7j) MPA	RC (28j) MPA
1	2,3	20,7	32,2	43,2	55,6
2	2,5	21,3	32,6	43,8	55,9
3	2,71	23,6	33,5	44,7	56,5
4	2,89	22,4	32,7	42,3	54,5
5	3,08	20,4	31,5	41,7	53,5
6	3,27	19,7	29,2	41.3	51,9

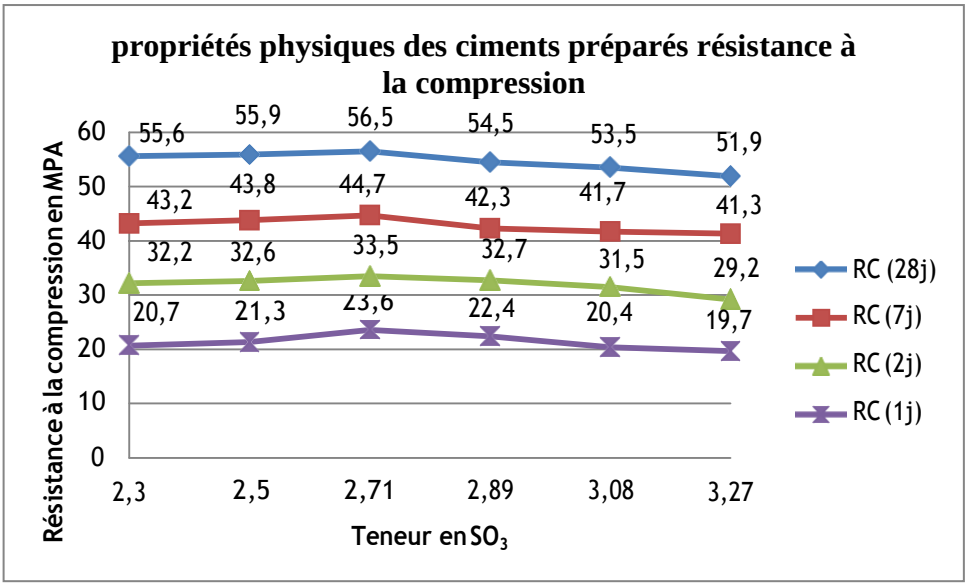

Figure 19 : Effet du Taux d'ajout gypse sur la résistance à la compression

A partir de graph, on constate que la résistance à la compression aux échéances 2 et 28 jours augmente progressivement, avec l'augmentation de la concentration de gypse, jusqu'à un maximum de résistance mécanique, puis il diminue, ce maximum est l'optimum de sulfatage, il correspond à 3,5% de gypse, voir une teneur de 2,71% de SO_3.

D'après les résultats ci-dessus nous constatons que l'optimum de SO3 de CPA 65 est un peu près égale à 2.71 % de SO_3 qui correspond à 3.5% de gypse donc le développement des résistances maximales à ce optimum peut s'expliquer par le fait que l'optimum de sulfate à une échéance donnée coïncide à la teneur en sulfate nécessaire pour former la quantité ettringite correspondant exactement à l'espace poreux laissé par les C-S-H une quantité inferieure laisserait une plus grande porosité donc une résistance mécanique moindre , une plus grande quantité provoquerait une fissuration due à la croissance de l'ettringite dans un espace confiné .

CONCLUSION

Ce travail est une recherche :

- des facteurs influencent la résistance à la compression de CPA 65 .
- des solutions pour remédier la problématique
- de l'optimum propriété physico-mécanique des pâtes de ciment et mortiers basé sur la variation de pourcentage du gypse sur le ciment portland (CPA 65) de classe de résistance (55–65 MPA).

D'après les résultats expérimentaux obtenus, il ressort que la variation de gypse par différentes pourcentage est le principale responsable à l'amélioration de la réactivité rapide des ciments avec différents pourcentages du gypse et résistances mécaniques des mortiers.

Les résultats obtenus dans cette étude expérimentale nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

- L'augmentation du taux de gypse dans le ciment influe sensiblement sur le besoin en eau nécessaire pour avoir une consistance normale.
- L'augmentation de la quantité de gypse incorporé dans le ciment à un effet significatif sur la surface spécifique de (Blaine) des ciments préparés.
- les résistances à la compression de tous les tests de mortier augmentent régulièrement avec l'âge.
- La résistance à la compression diminue avec l'augmentation du pourcentage d'ajout gypse.
- L'influence du taux d'ajout gypse sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux (mortiers) donne un changement de type et classe de résistance de ciment (55.5 et 65.5 MPA) qui chuté directement vers 45.5 et 55.5 MPA.
- Le sulfate de calcium (gypse) en général amène à une diminution de la vitesse d'hydratation du ciment et donc :
    - A une augmentation du début de prise.

- A une augmentation des résistances à court terme 02j et long terme à 28j

Enfin pour assurer une bonne qualité des ciments (CPA 65) avec caractéristique physico- chimiques et mécanique conforme à la norme (ciment durable) il faut toujours chercher l'optimum de gypse dans notre cas le taux de gypse optimum fixé à l'ordre de 3,5% et pour formalisé un ciment CPA 65 il faut utiliser :

- Un clinker a bonne broyabilité et des bonnes réactivités stockées dans un endroit à l'abri de l'humidité.
- Gypse de dureté moyenne (facile à broyer).
- Un gypse de bonne réactivité.
- Bonne qualité de gypse SO_3 > 35%.
- Assure un bon broyage de ciment (broyage poussé).
- Addition des agents de mouture au cours de broyage de ciment.
- Injecter une quantité d'eau dans le broyeur proportionnelle à la quantité de matière à broyer par exemple 2 tonne d'eau pour un tonnage de 110 de matière à broyer. .
- Mettre en place une étude d'analyse de défaillance sur le broyeur à ciment

Webographie

[1] https://www.cimentsdumaroc.com/fr/heidelbergcement-group

[2]. http://doc.lerm.fr/liants-hydrauliques-hydraulicite-hydratation-deau/

[3]. https://www.cimentsdumaroc.com/fr/ciment

[4] http://www.univ-usto.dz/theses_en_ligne/doc_num.php?explnum_id=782

[5]. https://fr.wikipedia.org/wiki/Carbonate_de_calcium

[6]. http://doc.lerm.fr/lhydratation-du-ciment-portland/

[7]. http://www.ouati.com/qqoqcp.html

[8]. http://www.definition-qualite.com/arbre-des-causes.htm

كلية العلوم و التقنيات فاس
ⵜⴰⵖⵉⵡⴰⵏⵜ ⵏ ⵜⵎⴰⵙⵙⴰⵏⵉⵏ ⴷ ⵜⵙⵏⵉⵜⵉⵏ
Faculté des Sciences et Techniques de Fès

جامعة سيدي محمد بن عبد الله
ⵜⴰⵙⴷⴰⵡⵉⵜ ⵙⵉⴷⵉ ⵎⵓⵃⵎⵎⴰⴷ ⴱⵏ ⵄⴰⴱⴷⵍⵍⴰⵀ
Université Sidi Mohamed Ben Abdellah

Master Sciences et Techniques : Génie des Matériaux et des Procédés

Nom et prénom: EN-NAJI Fatima Zahra.

Titre: Amélioration de la résistance à la compression du ciment Portland pur CPA 65.

Résumé

l'intérêt de ce travail s'intègre dans le cadre d'élargissement de la gamme des produits de la société Ciments du Maroc Ait Baha par la production d'une qualité de ciment de haute gamme, il a particulièrement comme objectif l'amélioration de la résistance à la compression de CPA 65 en optimisant les paramètres qui influencent sa stabilité et surtout l'optimisation du taux de gypse afin de développer les meilleures résistances à court et long terme.

L'intérêt de la partie expérimentale de cette étude découle particulièrement dans la détermination expérimentale de l'optimum de sulfatage de la qualité de ciment CPA65, un optimum qui permet d'atteindre les meilleures résistances mécaniques aux échéances souhaités (en particulier à court terme).

Les propriétés physico-chimiques du ciment à l'état anhydre et à l'état hydraté (composition chimique, consistance des pâtes de ciment et temps de prise), ainsi que le comportement mécanique en terme de résistances mécaniques à la compression ont été étudiées.

D'après les résultats expérimentaux obtenus, il ressort que la quantité du gypse et la composition chimique du ciment confectionné sont les principaux paramètres qui influent sur la variation des résistances mécaniques (compression) des mortiers testés.