

Master Sciences et Techniques CAC.Ageq

Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion de la qualité

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

**Optimisation la qualité et le cout du ciment CPJ45/55 en terme
de résistance par la méthode directe et la méthodologie de
plan de mélange**

Présenté par:

Ibrahim Zerhari

Encadré par:

- Mr. JAAFAR BABY (LafargeHolcim Oujda)
- Pr. KHADIJA MOUGHAMIR (FST Fès)

Soutenu Le 12 Juillet 2021 devant le jury composé de:

- Pr. MOUGHAMIR KHADIJA
- Pr. FARAH ABDELLAH
- Pr. ALILOU EL HOUSSINE

Stage effectué à : La société LafargeHolcim Oujda

Année Universitaire : 2020/2021

Faculté des Sciences et Techniques - Fès

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☎ 212 (0) 35 60 29 53 Fax : 212 (0) 35 60 82 14

Remerciement

Suite à ce stage réalisé au sein de **LafargeHolcim** j'aimerais remercier le Directeur de LafargeHolcim Oujda **Mr. Adil HMIMAZ** qui par le fait de son accord a permis l'aboutissement de ce travail.

J'adresse ensuite mes remerciements à mon encadrant de FST Fès Madame **Khadija MOUGHAMIR** pour son temps et son aide précieuse.

Mes remerciements s'adressent également à mon encadrant au sein de l'entreprise **Mr. Jaafar BABY**, le Responsable Qualité pour leur disponibilité et leur soutien.

Je tiens à remercier les honorables membres de jury, les professeurs **Abdellah FARAH** et **El houssine ALILOU**, qui m'ont honorée en acceptant de juger mon travail.

Mes sincères remerciements vont également aux techniciens de laboratoire, pour l'accueil chaleureux et pour m'avoir apporté l'aide théorique et pratique nécessaire au bon déroulement du stage.

Finalement, Je tiens à remercier vivement mon **Faculté des Sciences et Techniques Fès (FSTF)** pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer ce stage.

Dédicaces

A ma grande mère (Fatima), source de respect et de tendresse

A mes très chers parents (Ahmed et Aicha), source de vie, d'amour et d'affection.

A mes chers frères (Mohammed et Abdelhak), source de courage.

A mes chères sœurs (Najat et Charifa et Halima et Khadija), source de joie et bonheur

A mes chères nièces (Omayma, Fatiha, Hanae, Marwa, Farah, Douae), source
d'innocence et beauté.

A mes chers neveux (Zaid, Wassim, Ayman, Baker, Mohammed Ilyass), source
d'amusement et d'activité.

A tous ma famille Zerhari surtout mon ami Said et Hassane, source d'espoir et de
motivation.

Liste des tables :

Table 1 : Les étapes de l'analyse chimique des pastilles et / ou des perles par (XRF).....	11
Table 2 : Type de qualité de du ciment.....	16
Table 3 : Compositions chimiques de clinker.....	19
Table 4 : Compositions minéralogiques du clinker.....	19
Table 5 : Table des données d'analyse des perles pour les deux étalonnent de références (1888a et XRF 13).....	21
Table 6 : Table d'analyse de calcaire.....	21
Table 7 : Table d'analyse de l'argile.....	22
Table 8 : Table d'analyse de pouzzolane.....	22
Table 9 : Table d'analyse de gypse.....	22
Table 10 : Table d'analyse de fluorine.....	22
Table 11 : Table d'analyse de laitier.....	23
Table 12 : Table d'analyse de fer.....	23
Table 13 : Table d'analyse de sable.....	23
Table 14 : Table d'analyse des matières premières et les ajouts en terme de moyen.....	24
Table 15 : Table d'analyse chimique de clinker plus les ajouts.....	26
Table 16 : Les essais de référence du ciment CPJ45/55.....	26
Table 17 : Table des essais du ciment CPJ55 en masse.....	27
Table 18 : Table des essais du ciment CPJ45 en masse.....	27
Table 19 : Les essais du ciment CPJ55 en %.....	27
Table 20 : Les essais du ciment CPJ45 en %.....	27
Table 21 : Domain expérimentale du ciment CPJ45.....	28
Table 22 : Domain expérimentale du ciment CPJ55.....	28
Table 23 : Matrice d'expérience du ciment CPJ55.....	29
Table 24 : Matrice d'expérience du ciment CPJ45.....	29
Table 25 : Matrice d'expérience en masse de CPJ55.....	29
Table 26 : Matrice d'expérience en masse de CPJ45.....	29
Table 27 : Les étapes de préparation des moles (gâchage).....	30
Table 28 : Table de variation de la résistance 28 jrs du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO ₃	33
Table 29 : Table de variation de début de prise du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO ₃	34
Table 30 : Table de variation de la résistance 28 jrs du ciment CPJ45 en fonction de la teneur en CaO (I) dans le clinker.....	36

Table 31 : Table de variation de la résistance 28 jrs du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en C ₃ Sc du clinker.....	37
Table 32 : Domain d'acceptation des résistances du ciment CPJ45/55.....	38
Table 33 : Table de variation de la résistance du ciment CPJ45 en fonction de pourcentage des constituants.....	39
Table 34 : Quantité de production du ciment en tonne par année.....	39
Table 35 : Quantité de production du ciment CPJ45/55 en tonne par année.....	40
Table 36 : Le cout de clinker et les ajouts	40
Table 37 : Variation de cout et le revenu des essais du ciment CPJ45 en fonction de pourcentage des constituants.....	40
Table 38 : Table de variation de la résistance du ciment CPJ55 en fonction de pourcentage des constituants.....	41
Table 39 : Variation de cout et le revenu des essais du ciment CPJ55 en fonction de pourcentage des constituants.....	42
Table 40 : Les nouveaux essais de fabrication du ciment CPJ45/55.....	42
Table 41 : Plan d'expérimentation	44
Table 42 : Les valeurs de clinker et de gypse à partir de CPA.....	44
Table 43 : Analyse de la variance (Test d'ANOVA).....	44
Table 44 : Coefficient de modèle mathématique	45
Table 45 : Domain d'acceptation des résistances du ciment CPJ45.....	46
Table 46 : Variation de cout et le revenu des essais en fonction de pourcentage des constituants.....	47
Table 47 : Plan d'expérimentation	48
Table 48 : Les valeurs de clinker et de gypse à partir de CPA.....	48
Table 49 : Analyse de la variance (Test d'ANOVA).....	49
Table 50 : Coefficient de modèle mathématique.....	49
Table 51 : Domain d'acceptation des résistances du ciment CPJ55.....	50
Table 52 : Variation de cout et le revenu des essais du ciment CPJ55 en fonction de pourcentage des constituants.....	52
Table 52 : Les nouveaux essais de fabrication du ciment CPJ45/55.....	52

Liste des figures :

Figure 1 : Organigramme de la société LafargeHolcim.....	3
Figure 2 : Chaîne de production du ciment	5
Figure 3 : Carrière de calcaire.....	6
Figure 4 : Carrière de d'argile.....	6
Figure 5 : Stackers et l'étape de pré-homogénéisation	6
Figure 6 : Broyeur des matières crues.....	7
Figure 7 : silos de homogénéisation et de stockage de farine crue (H1 ; H2 ; S3 ; S4 ; S5 ; S6)	7
Figure 8 : La tour de préchauffage.....	8
Figure 9 : Four de cuisson de la farine chaude.....	8
Figure 10 : Silos de stockage de clinker (SK1 ; SK2).....	9
Figure 11 : Silos de stockage de différentes qualités du ciment et le clinker de l'export.....	9
Figure 12 : Spectromètre de Fluorescence des rayons X (XRF).....	10
Figure 13 : Un broyeur HERZOG + Bol.....	12
Figure 14 : Appareil Perl'X3 + Creuset et nacelle en platine.....	12
Figure 15 : Titreur des ions de fluorine.....	14
Figure 16 : Tamiseur avec différents diamètres (200 ; 90 ; 45 μm).....	14
Figure 17 : L'appareil de Vicat + prismomètre automatique CONTROLAB ACMEL.....	15
Figure 18 : Clinker plus les ajouts.....	17
Figure 19 : Clinker concasser.....	18
Figure 20 : Roche de gypse.....	19
Figure 21 : Gypse concasser.....	19
Figure 22 : Roche de pouzzolane.....	20
Figure 23 : Pouzzolane concasser.....	20
Figure 24 : Roche de calcaire.....	20
Figure 25 : Calcaire concasser.....	20
Figure 26 : Représentation des individus dans l'espace des variables (Scores).....	24
Figure 27 : Représentation des variables dans l'espace des individus (Loadings)	25
Figure 28 : Variation de la résistance (28 jrs) du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO ₃	34
Figure 29 : Variation de début de prise du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO ₃	35
Figure 30: Microscopique de clinker.....	35
Figure 31 : Variation de la résistance (28 jrs) du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en CaO (l).....	36
Figure 32 : Variation de la résistance (28 jours) du ciment CPJ55 en fonction de C ₃ Sc.....	37
Figure 33 : Variation de résistance 28 jrs du ciment en fonction de % de Pouzzolane.....	42
Figure 34 : Variation de résistance 28 jrs du ciment en fonction de % de Calcaire.....	42

Figure 35 : Variation de revenu DH/t en fonction de %Pzz.....	43
Figure 36 : Variation de cout DH/t en fonction de % Pzz.....	43
Figure 37 : Variation de revenu DH/t en fonction de % Cal.....	43
Figure 38 : variation de cout DH/t en fonction de % Cal	43
Figure 39 : Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y3) : Résistance 28 jrs du ciment CPJ45.....	46
Figure 40 : Variation de la désirabilité dans le plan : CPA, Pouzzolane, Calcaire.....	46
Figure 41 : Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y3) : Résistance 28 jrs du ciment CPJ55.....	50
Figure 42 : Variation de la désirabilité dans le plan : CPA, Pouzzolane, Calcaire.....	51

Liste des abréviations

CPJ : Ciment portland avec ajouts (Ciment portland composé)

CLC : Ciment au laitier et aux cendres

CPA : Ciment portland

A (Al_2O_3): Alumine

C (CaO) : Chaux

CaO_L : Chaux libre

S : Sulfate de calcium (CaSO_4)

C_3A : Aluminate

C_4AF : Aluminoferrite

C_2S : Bélite

C_3S : Alite

CPA : Ciment portland

E/C : Eau / Ciment

F : Ferrite (Fe_2O_3)

H : Eau (H_2O)

K : Oxyde de potassium (K_2O)

M : Magnésie (MgO)

MBE : Mortier équivalent béton+

N : Oxyde de sodium (Na_2O)

POZZ : Pouzzolane

S : Silice (SiO_2)

Sommaire

Introduction	1
--------------------	---

I- Bibliographie sur la société LafargeHolcim :.....2

1. LafargeHolcim Maroc.....	3
1.1-.LafargeHolcim Oujda.....	3
1.2- Organigramme.....	3
2. Le ciment en terme chimique	4
2.1- La composition de ciment.....	4
3. Les étapes de fabrication de ciment.....	5
3.1- Extraction des matières premières.....	5
3.2- Concassage et pré-homogénéisation des matières crues.....	6
3.2.1- Concassage	6
3.2.2- Pré-homogénéisation	6
3.3- Broyage de mélange (matières crues) de tas	7
3.4- Homogénéisation et stockage de la farine crue.....	7
3.5- Production de clinker.....	8
3.5.1- Préchauffage de la farine crue.....	8
3.5.2- Cuisson.....	8
3.5.3- Clinkérisation.....	8
3.5.4- Refroidissement du clinker	9
3.5.5- Stockage du clinker.....	9
3.6- Broyage de ciment	9
3.7- Ensachage et expédition de ciment.....	9

II- Les analyses chimiques et physiques :10

4. les essais chimiques et physiques étudiés.....	10
4.1- Les essais chimiques	10
4.1.1- Surbroyage et pastillage d'échantillon pour analyse chimique.....	11
4.1.2- Préparation automatique des perles.....	12
4.1.3- Pert au feu (PAF).....	12
4.1.4- Dosage de la chaux libre.....	13
4.1.5- Détermination potentiométrique de la teneur en fluorine.....	13
4.2- Les essais physiques.....	14
4.2.1- Analyse granulométrique.....	14

4.2.2- Essais de résistance à la flexion et la compression.....15

4.2.3- Détermination des temps de prise de ciment.....15

III- Partie de stage :.....16

1- objectif.....16

2- Type de qualité du ciment.....16

3- Fonctionnement de clinker et les ajouts.....17

3.1 Représentation général des matières (clinker + ajouts) utilisées pour cet essai.....17

3.1.1- clinker.....17

3.1.1.1 Influence de la composition minéralogique du clinker sur les propriétés du ciment.....18

3.1.1.2 Les modules chimique.....18

3.1.2- Gypse.....19

3.1.3- Pouzzolane.....20

3.1.4- Calcaire.....20

4. analyse des matières premières et les ajouts par le spectromètre de fluorescence des rayons X (XRF)20

4.1 Calibration et l'étalonnage de l'appareil XRF20

4.2 Les sources des oxydes minéraux dans les matières premières et les ajouts21

4.2.1 Analyse de calcaire.....21

4.2.2 Analyse de l'argile.....22

4.2.3 Analyse de pouzzolane22

4.2.4 Analyse de gypse.....22

4.2.5 Analyse de fluorine.....22

4.2.6 Analyse de laitier23

4.2.7 Analyse de fer.....23

4.2.8 Analyse de sable23

4.2.9 Représentation graphique des résultats.....24

5. Préparation de clinker et les ajouts (calcaire ; pouzzolane ; gypse)25

6. Préparation des échantillons du ciment CPJ45 et 55.....26

6.1 Méthode directe.....26

6.2 Méthode par la méthodologie de plan d'expérience.....27

6.2.1 Le plan de mélange.....27

6.2.1.1 Définition27

6.2.1.2 Objectif	27
6.2.1.3 Modèle mathématique	27
6.2.2 Plan de mélange avec contraintes :.....	28
7. Essai de résistance à la flexion et compression.....	30
7.1 Préparation des moles (gâchage) et leurs concassages pour les deux méthodes.....	30
8. La résistance du ciment	33
9. Les facteurs qui influencent sur la résistance du ciment à la compression	33
9.1 La teneur en SO ₃ dans le ciment	33
9.2 La teneur en CaO (I) dans le clinker	35
9.3 La teneur en C ₃ Sc dans le clinker	37
10. Les résultats des résistances du ciment CPJ45 / 55.....	38
10.1 Méthode directe	38
10.1.1 Ciment CPJ45	38
10.1.1.1 Résultats des résistances du ciment CPJ45 après 2 et 7 et 28 jours.....	38
10.1.1.2 Détermination le cout avec le revenu de cinq essais de CPJ45 à l'échelle industriel	39
10.1.2 Ciment CPJ55	41
10.1.2.1 Résultats des résistances du ciment CPJ55 après 2 et 7 et 28 jours.....	41
10.1.2.2 Détermination le cout avec le revenu de cinq essais de CPJ55 à l'échelle industriel.....	42
10.2 Méthode par la méthodologie de plan de mélange	43
10.2.1 Ciment CPJ45	43
10.2.1.1 Plan d'expérimentation	43
10.2.1.2 Calcule des coefficients (test de validation du modèle)	44
a- Analyse de la variance (ANOVA)	44
b- Coefficients (les paramètres du modèle)	45
c- Livrable	45
10.2.1.3 Désirabilité	45
a) Fonction de désirabilité selon le besoin de client.....	45
b) Etude graphique.....	46
c) Recherche d'optimum.....	47

10.2.1.4 Détermination le cout avec le revenu des essais du ciment CPJ45 à l'échelle industriel :	47
10.2.2 Ciment CPJ55	48
10.2.2.1 Plan d'expérimentation	48
10.2.2.2 Calcule des coefficients (test de validation du modèle)	49
a- Analyse de la variance (ANOVA)	49
b- Coefficients (les paramètres du modèle)	49
c- Livrable	49
10.2.2.3 Désirabilité	50
a) Fonction de désirabilité selon le besoin de client.	50
b) Etude graphique.	51
c) Recherche d'optimum	51
10.2.2.4 Détermination le cout avec le revenu des essais du ciment CPJ55 à l'échelle industriel :	52
Conclusion	53

Introduction

Chaque société a un but de chercher les méthodes et les expériences qui permettent de diminuer le cout de fabrication d'un produit en gardant leur qualité le plus bon possible et qui réponde à la satisfaction des clients.

Le même but pour la société LafargeHolcim Oujda, est de réduire le cout de fabrication du ciment sans détruire sa qualité, c'est à dire en respectant la limite des spécifications de la norme NM 10.1.004, Car le ciment est fabriquée à partir des matières et des ajouts qui sont très cher ou sont indisponible dans la région ou se trouve l'usine. Parmi ces matières, on trouve la pouzzolane qui est cher (car il augmente la résistance du ciment et située loin de l'usine) par rapport au calcaire qui est disponible dans la région avec une carrière plus grand et considérer comme la matière première la plus important (75%) à la fabrication du ciment.

Cet étude est dont l'objectif de substituer dans le ciment CPJ45/55 une partie de pouzzolane par du calcaire tout en gardant la conformité des résistances à la norme NM 10.1.004. L'idée est de tester le comportement des ciments en termes de résistances à des niveaux d'addition de calcaire élevés pour améliorer les couts des ciments fabriqués.

Le rapport il est divisé en trois parties, la première partie est une bibliographie sur la société LafargeHolcim, la deuxième partie est une présentation de quelques analyses chimiques et physiques effectuées par le laboratoire de LafargeHolcim Oujda, pour la dernière partie de rapport, on va traiter le suiet par des expériences et des méthodes pour atteindre l'objectif.

I- *Bibliographie sur la société LafargeHolcim*

1- LafargeHolcim Maroc

LafargeHolcim : est le leader mondial des matériaux et des solutions de construction. Le Groupe est issu de la fusion de Lafarge et Holcim.

Lafarge : est une entreprise française de matériaux de construction active de 1833 à 2015.

Holcim : est un cimentier, entreprise familiale (famille Schmidheiny) devenue multinationale au cours du XX^e siècle et qui compte parmi les plus grands producteurs mondiaux de ciment. Son siège principal est en Suisse, à Zurich.

En 2015, **Holcim** fusionne avec le n° 1 mondial du secteur, le groupe français **Lafarge**. Le nouveau groupe est officiellement lancé le 15 juillet 2015 sous le nom de **LafargeHolcim**.



Création : 1833
Disparition : 2015
Forme juridique : S. anonyme
Action : Euronext
Siège social : Paris France
Activité : Construction
Produits : Ciment, Granulat, Béton
Société mère : LafargeHolcim

Création : 1912
Disparition : 2015
Forme juridique : S. anonyme
Action : SIX : HOLN
Siège social : Rapperswil-Jona
Activité : Fabrication de ciment et de béton, production de granulat, exploitation de carrières
Produits : Ciment et dérivés
Société mère : LafargeHolcim



Création : 2015 **Action** : Euronext
Forme juridique : S. anonyme
Siège social : Jona , Suisse

Activité : Matériaux de construction
Produits : Ciment, béton et granulat
Direction : Jan Jenish

Site web : www.lafargeholcim.com

1.1- LafargeHolcim Oujda

L'usine d'Oujda est située à 45 km à l'ouest d'Oujda à proximité de la route principale reliant Casablanca et Oujda et à 15 km de la localité d'El Aioun, Le choix d'un tel site est dû aux facteurs suivants :

- + suffisamment proche du port de Nador qui assure l'alimentation de l'usine en petcoke.
- + Abondance des matières premières en quantité et en qualité.
- + Commodité d'alimentation en eau et en énergie électrique.
- + Accès à la route et au chemin de fer.
- + Qualité des terrains du point de vue fondation et écoulement naturel.

L'usine d'Oujda est dotée des certificats de conformité aux normes **ISO 9001** de la gestion de la qualité, ainsi que la norme relative au **management environnemental ISO 14001**.

En raison du ralentissement de la demande nationale, un programme d'export de clinker depuis cette usine vers des pays d'Afrique a été lancé.

Capacité de production de l'usine :

- Capacité de production ciment (en tonnes) : **1 600 000 t.**
- Capacité de production clinker (en tonnes) : **1 250 000 t.**

1.2- Organigramme

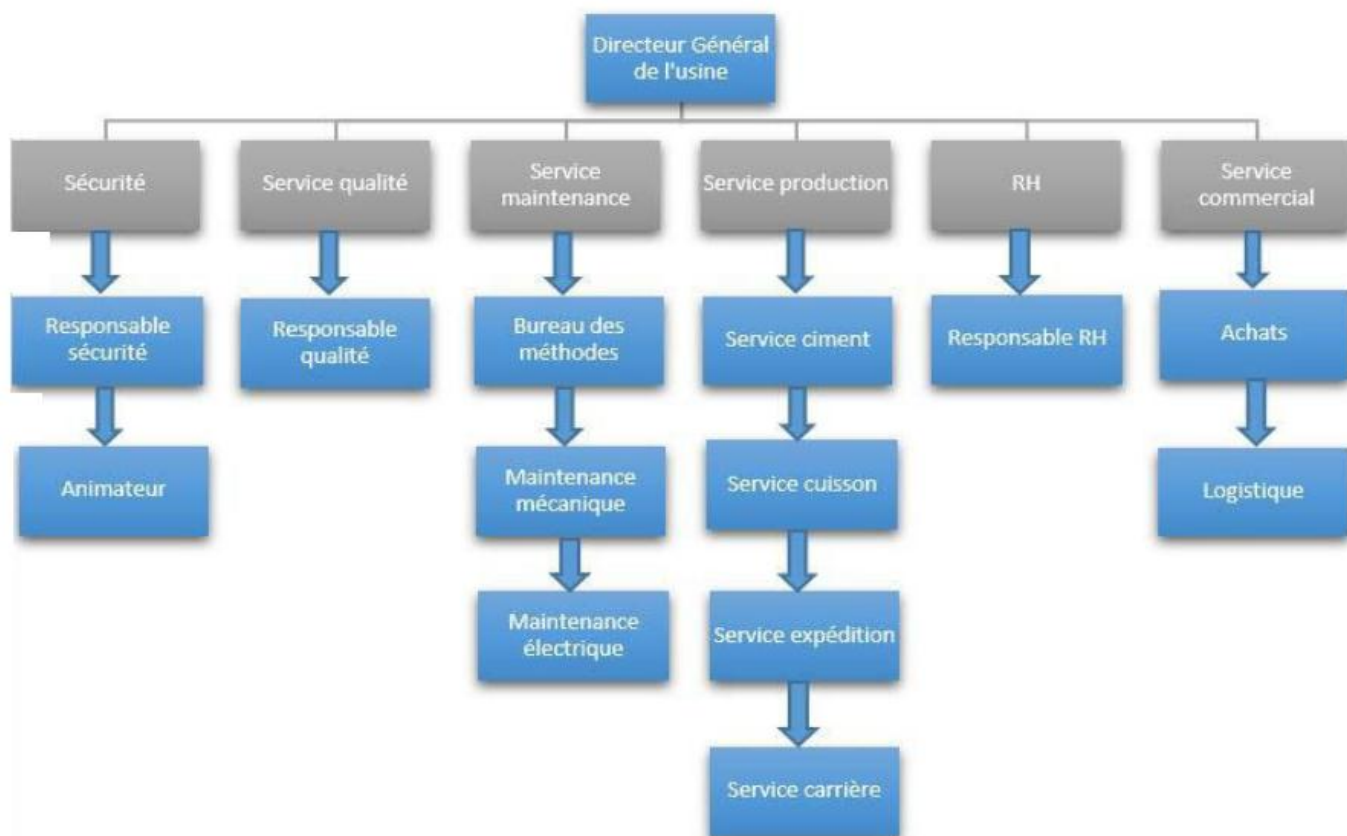


Figure 1 : Organigramme de la société LafargeHolcim

D'abord la sécurité des personnels est parmi les préoccupations majeures du groupe LafargeHolcim, c'est pour cela chaque salarié ou stagiaire doit connaître les **5 règles de sécurité (5S)** qu'est intégrer par le responsable de sécurité d'usine, ces règles à suivre sont les suivantes :

- | | | |
|--------------------------------|--|----------------------------|
| 1 Seiri Débaras | - 2 Seiton Rangement | - 3 Seiso Nettoyage |
| 4 Seiketsu Standardiser | - 5 Shitsuke Discipline & Éducation | |

Un équipement de protection individuelle (EPI) protège un individu contre un risque donné, et selon l'activité qu'il sera amené à exercer. D'une manière générale, l'ensemble du corps peut et doit être protégé. Il s'agit généralement d'un vêtement professionnel.



2- Le ciment en terme chimique :

Le **ciment** est un liant hydraulique fabriqué à partir du **clinker**, obtenu par la combinaison chimique à très haute température de **calcaire** et d'**argile**. Le clinker est ensuite broyé avec **des ajouts**, dans des proportions très précises, qui donneront au ciment des caractéristiques spécifiques.

2.1- La Composition de ciment :

La composition classique du ciment est de 80 % de calcaire et 20 % d'argile.



1. Fabrication des ciments

- **Matières premières**
 - 80% **calcaire**
 - 20% **argile**
- **Produit de la cuisson**
 - Transformations chimiques
 - Granules de **clinker**
- **Produits d'addition**
 - **Gypse** (régulateurs de prise)
 - Laitiers de haut fourneau
 - Fillers
 - Fumée de silice
 - ...
- **Ciment**
 - Broyage
 - Conditionnement

ciments, liants hydrauliques

11

Minéralogiquement parlant, le ciment est fait essentiellement à partir de quatre constituants :

- **la chaux** CaO : plutôt basique, obtenu à partir de calcaire CaCO_3 .
- **la silice** SiO_2 : obtenu à partir d'argile et de sable.

- l'**alumine** Al_2O_3 : obtenu à partir de calcaire et d'argile et de pouzzolane.
- l'**oxyde de fer** Fe_2O_3 : plutôt acide, est obtenu à partir de roche ferrique.

3- Les étapes de fabrication de ciment :

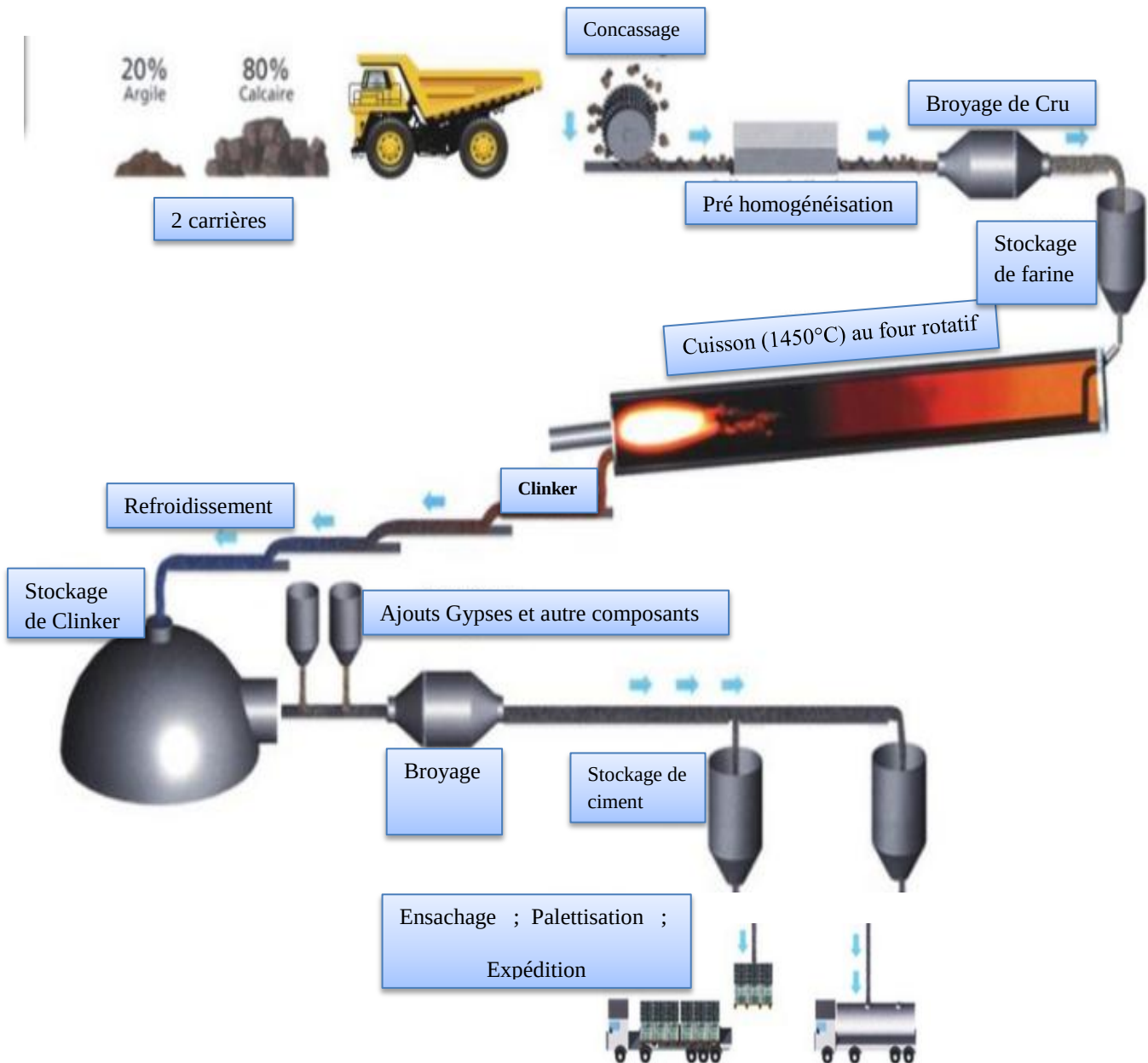


Figure 2 : chaîne de production du ciment.

3.1- Extraction des matières premières :

Le ciment est fabriqué à partir de quatre composants chimiques principaux : **carbonates de calcium** (CaCO_3), **alumine** (Al_2O_3), **silice** (SiO_2) et **oxyde de fer** (Fe_2O_3), sont des éléments naturels, extraits à partir de : **calcaire de marnes**, **d'argiles**, de **schistes**, de **minerai de fer** et de **sable**. Constituant les matières premières principales, le calcaire et l'argile sont extraits de deux carrières : l'une située à proximité du concasseur principal (800m) donne du calcaire (matière riche en chaux) que l'on extrait par

explosifs ; L'autre située à 7km de l'usine donne de l'argile (matière riche en silice, alumine et fer) que l'on expédie par des camions vers le concasseur.

Le Minerai de fer et le sable sont des matières premières achetées et acheminées à l'usine par camion, réceptionnées puis stockées à côté du concasseur principale pour être utilisée à faible dose à partir de la trémie de sable Fer et de sable comme correcteurs du tas de pré-homogénéisation..



Figure 3 : Carrière de calcaire



Figure 4 : Carrière d'argile

3.2- Concassage et pré-homogénéisation des matières crues :

3.2.1- Concassage:

Le concasseur situé à 800 mètres de l'usine est du type mixte, le Calcaire et l'argile ainsi que les ajouts sont concassés simultanément.

L'opération de concassage assure également le mélange de calcaire et l'argile, après concassage les matières premiers sont transportées à l'usine par une bande transporteuse pour les stockées et homogénéisées.

3.2.2- Pré-homogénéisation :

Les matières premières concassées sont acheminées vers un hall de stockage pour former le tas pré-homo à l'aide d'une machine appelé stacker.



Figure 5 : Stacker et l'étape de pré homogénéisation

3.3- Broyage de mélange (matière crue) de tas :

La matière crue est constituée de 80% de calcaire, 20 % d'argile, de marne et de schistes et 1% à 5 % de matières de corrections. Le dosage des différentes composantes est systématisé de manière automatique à l'entrée du broyeur. Ce mélange est broyé et séché dans un broyeur horizontal à boulets ou vertical à galets. Cette opération de broyage permet de réduire la granulométrie du mélange. Le séchage de la farine crue à l'intérieur du broyeur est assuré par les gaz chauds du four. Ces gaz sont ensuite dépoussiérés dans un filtre à manches puis évacués dans l'atmosphère. Le séchage permet de réduire l'humidité de la farine crue à moins de 1%.



Figure 6 : Broyeur de matière crue

3.4- Homogénéisation et stockage de la farine crue :

La farine crue provenant des broyeurs est acheminé par des aéroglesseurs pour les stocker dans les silos d'homogénéisation, qui assurent à la fois le stockage et l'homogénéisation de la farine. La farine crue est transporté à la sortie du broyeur, par le moyen de vis transporteuse et d'un élévateur pneumatique, vers des silos d'homogénéisation où il est homogénéisé afin de réduire des écarts entre les compositions chimiques et améliorer la régularité de la cuisson.

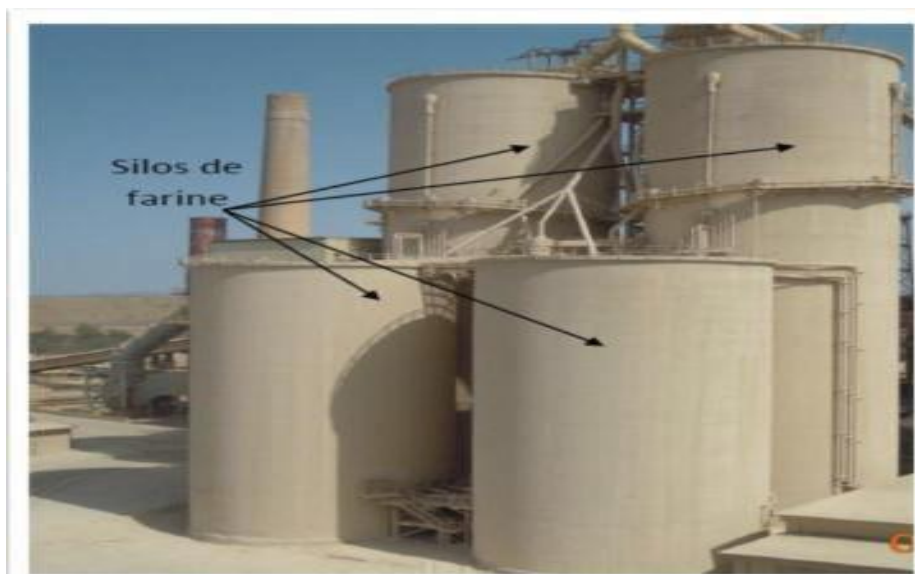


Figure 7: Silos de homogénéisation et de stockage de farine crue (H1 ; H2 ;S3 ;S4 ;S5 ;S6)

3.5- Production du clinker :

3.5.1- Préchauffage de la farine Cue :

La farine crue est introduite au pied de la tour de préchauffage. Par la suite, elle est manutentionnée jusqu'au haut de la tour. Dans la tour de préchauffage, la farine crue avance du haut vers le bas et se mélange avec les gaz chauds du four circulant dans le sens inverse. Ce procédé permet de préchauffer la farine crue jusqu'à une température de près 800 °C au pied de la tour et de provoquer la première transformation (décarbonatation partielle) de ses principaux composants chimiques.



Figure 8 : la tour de préchauffage.

3.5.2- Cuisson :

La cuisson s'effectue dans des fours rotatifs constitués de cylindres de **4.6 m** de diamètre et de longueur de **80 m** et dont la vitesse de rotation peut atteindre 2.8m /min. La flamme résultante de la combustion du fuel N°2 qui se trouve à l'extrémité la plus basse du four, la matière est introduite à l'autre extrémité, et avance lentement sous l'effet de la rotation et pente du four, la matière complète sa décarbonations avant d'aboutir à la clinkérisation à une $T=1450^{\circ}\text{C}$.



Figure 9 : four de cuisson de la farine chaude

3.5.3- Clinkérisation :

Tout au long de la cuisson, un ensemble de réactions physico-chimiques conduit à l'obtention du clinker comme la décarbonatation et la formation de bélite, de produits intermédiaires, d'aluminates et de ferrites (les réactions sont traitées dans la partie expérimentale).

3.5.4-. Refroidissement du clinker :

A la sortie du four, le clinker est introduit dans un refroidisseur à ballonnets ou à grilles où il est refroidi jusqu'à une température de 120 °C. Cette opération permet de récupérer la chaleur du clinker pour la réutiliser et de faciliter sa manutention jusqu'aux silos de stockage.

3.5.5- Stockage du clinker :

Le clinker sortant des refroidisseurs à ballonnets et envoyé par des transporteurs à godets, vers deux silos d'acier spécial dont la capacité globale de stockage peut atteindre 20.000 tonnes.

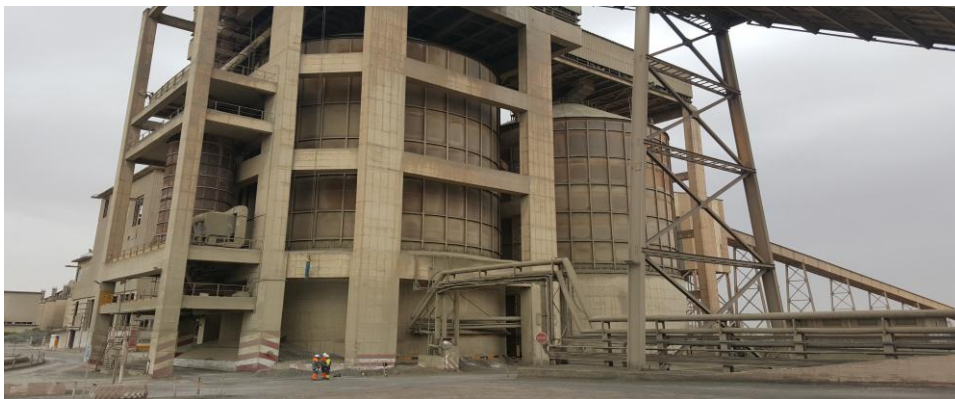


Figure 10 : Silos de stockage de clinker (SK1 ; SK2)

3.6- Broyage du ciment :

Le clinker, le gypse et les ajouts (calcaire, pouzzolane, cendres volantes, laitier...) sont introduits au niveau d'un broyeur horizontal à boulets ou vertical à galets, pour subir des efforts mécaniques du broyage et produire ainsi le ciment dont la finesse évolue de 2 800 à 4 000 cm²/g de surface Blaine.

3.7- Ensachage et expédition du ciment:

Le ciment produit est stocké dans des silos pour alimenter par la suite les ateliers d'ensachage pour les livraisons en vrac ou en sacs dans ce cas le chargement des camions ou des wagons se fait par des chargeurs automatiques répondant aux normes environnementales, Les sacs sont en papier kraft ou du papier poreux permettant le seul passage de l'air.



Figure 11 : Silos de stockage de différentes qualités de ciment et le clinker de l'export.

II- *Les analyses chimiques et physiques :*

4- Les essais chimiques et physiques étudiés :

Le laboratoire de contrôle de qualité de l'usine, il se divise en trois parties : on a la partie chimique qui est spécifique pour les analyses chimiques par XRF des matières premières et le ciment et les ajouts, puis la partie mécanique c'est pour la préparation des moules et leurs concassages, la partie physique spécifique pour plusieurs tests physiques tels que : le temps de prise de ciment ; la surface Blain ; le tamisage ; la finisse.....

4.1 Les essais chimiques :

On détermine les éléments suivants par voie chimique classique ou par fluorescence des RX :

- Les pourcentages des éléments du ciment qui sont : la silice SiO_2 , la chaux CaO , l'oxyde de fer Fe_2O_3 , l'alumine Al_2O_3 , la magnésie MgO , les sulfates SO_3 , les alcalis : Na_2O , K_2O et Cl^- .
- La Perte au feu (PAF).
- Les cendres, l'humidité.
- La chaux libre CaO (libre)
- La fluorine (F^-), le chlorure (Cl^-).

Cet appareil effectuée l'analyse chimique par la diffraction des rayons X suivant les informations programmées dans l'unité de pilotage et selon la nature de la matière de l'échantillon à analyser. Pour faire les analyses par les RX on utilise soit les perles pour les cuits, soit les pastilles pour les non cuits.

L'analyse chimique par XRF sert à déterminer les teneurs en éléments majeurs et mineurs dans un échantillon :

- Élément majeurs : CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 .
- Élément mineurs : MgO , K_2O , Na_2O , SO_3 .



Figure 12 : Spectrométrie de fluorescence des rayons X (FRX)

Table 1 : les étapes de l'analyse chimique des pastilles ou des perles par (XRF)

Opération étape par étape	Conseillés
1. Ouvrir le couvercle de la machine. 2. Placer la pastille / la perle dans un cercle en mémorisant son numéro. 3. Fermer le couvercle. 4. Sélection les numéros contenant les pastilles ou les perles à analyser. 5. Inclure l'échantillon. 6. Noter les analyses trouvées	 

4.1.1 Surbroyage et pastillage d'échantillon pour analyse chimique :

E. chimique	objectif	D.application	Mode opératoire
Surbroyage et pastillage d'échantillon pour analyse chimique :	Réduction granulométrique et pastillage pour analyse au XRF	Matière 1ère ; clinker ; Ajouts ; Cru ; farine chaude ; ciment ; combustible ciment	- Verser dans le bol la matière 20 g - Ajouter une quantité d'ajout (comprimés) pour éviter le colmatage de la matière dans le bol et faciliter le compactage de la pastille. - Recouvrir le récipient de son couvercle. - Introduire le récipient dans l'appareil de broyage. - Broyer pendant 1 à 6 min (le temps dépend de la nature de matière broyé). - Attendre l'arrêt complet du broyeur avant d'ouvrir le capot de protection. - Récupérer la totalité du matériau surbroyé avec un pinceau. - Mettre 10 g environ dans la presse à pastilles. - Récupérer la pastille et la nettoyer avec un léger jet d'air pressurisé des deux faces.

Matériels :

Un broyeur HERZOG ; Balance ; Spatule ; Un moule (Couvercle + Masselotte + Anneau + Bol).



Figure 13 : Un broyeur HERZOG + Bol

4.1.2 Préparation automatique des perles :

E. chimique	objectif	D.application	Mode opératoire
Préparation automatique des perles	Mise en fusion de la matière et fabrication d'une perle	Matière premier ; Ajouts ; Cru ; Clinker ; Ciment	- Peser exactement 8 g de fondant. - Peser exactement une quantité à déterminer de la matière. - La quantité de cet échantillon est déterminée par l'utilisation d'une équation en fonction de PAF. - Mettre l'ensemble dans un creuset en platine et lancer l'appareil.

Matériels : Fondant (Tétra borate de Lithium); Balance; Spatule; Perl'X3; Creuset et nacelle en platine.



Figure 14 : Appareil Perl'X3 + creuset et nacelle en platine

4.1.3 Pert au feu (PAF) :

E. chimique	objectif	D.application	Mode opératoire
Pert au feu (PAF)	Déterminat ion de la perte en poids de la matière	Matière 1ère, Cru, clinker, ciment	- Peser le creuset avant introduire l'échantillon et le taré. - Peser dans le creuset entre 1 et 2 g d'échantillon. - Placer le creuset dans le four dont la Température est stabilisée à 950 C° ou 500 C°. - Après 20 min de calcination, retirer le creuset. - Laisser le creuset à refroidir et eser à nouveau le creuset.

Matériels : Four ; Creuset ; Spatule ; Balance électron de précision.

Cette analyse est réalisée dans un four à des températures spécifique dépend de la nature d'échantillon.

Soient :

m_t : Tare du creuset m_i : Prise d'essai m_F : Poids du creuset + prise d'essai après calcination.

$$\% \text{ Perte au feu} = \frac{(m_t + m_i) - m_F}{m_i} \times 100$$

4.1.4 Dosage de la chaux libre :

E. chimique	objectif	D.application	principe	Mode opératoire
Dosage de la chaux libre	Déterminati on de la chaux non combinée	Clinker ; Ciment	Méthode : dosage par conductimétrie. Extraction de la chaux libre par le glycol éthylnique et dosage de la conductimétrie.	Démarrer l'analyseur ACMEL. Peser 1g d'échantillon. Mettre l'échantillon dans l'appareil.

Matériels : Balance de précision ; Ethylène glycol ; Analyseur chaux libre par conductimétrie ACMEL.

On détermine la teneur du clinker en chaux libre par deux méthodes, dosage par Acidimétrie et dosage par conductimétrie dans l'appareil ACMEL.

L'expression de résultat : $\% \text{CaO}(\text{libre}) = V_{\text{HCl}}(\text{ml}) \times 0,28$

4.1.5 Détermination potentiométrique de la teneur en Fluorine :

E. chimique	objectif	D.application	principe
Détermination potentiométrique de la teneur en Fluorine	cette méthode est pour déterminer la teneur en Fluorine	Ciment	La teneur en Fluorine est déterminée avec une électrode de fluorine sélective d'ion et un ionmètre



Figure 15 : Titreur des ions de fluorine

4.2 Essais physique :

4.2.1 Analyse granulométrique :

E.chimique	objectif	D.application	Mode opératoire
Analyse granulométrique	déterminer le pourcentage des passants à des tamis de différentes ouvertures à l'aide d'un appareil ALPINE.	Clinker ; Cru ; petcoke ; Ciment	- Peser 10 g de l'échantillon à tester. - Verser l'échantillon dans des tamis de différentes ouvertures et démarrer l'appareil ALPINE. - Peser le refus qui reste.

Matériels : Les refus sont déterminés pour contrôler l'état de fonctionnement du broyeur et le degré de broyage.

$\% R1 = m2 * 100 / m1$ Avec : **m1** : poids initial et **m2** : poids après tamisage



Figure 16 : Tamiseur avec différente diamètres (200 ; 90 ; 45 um

4.2.2 Essai de résistance à la flexion et la compression :

Le mode opératoire de cet essai il est bien détaillé dans la partie expérimentale :

E. physique	objectif	D.application	principe
Essai de résistance à la flexion et la compression	ils ont pour but de mesurer les résistances aux différentes contraintes au bout d'un certain temps	Ciment	les essais de flexion et de compression permettent de déterminer la contrainte de rupture à la traction par flexion et la contrainte de rupture à la compression des liants hydrauliques (Ciment).

4.2.3 Détermination des temps de prise de ciment :

E. physique	objectif	D.application	principe	Mode opératoire
Détermination des temps de prise de ciment	Cette méthode est pour la détermination du temps de prise du ciment	Ciment	On détermine le début de prise ou fin de prise à l'aide de l'aiguille de Vicat qui s'enfonce dans un moule rempli de pate	On pèse 500 g de ciment, on verse dans un récipient de malaxeur, puis on ajout d'eau préalablement déterminée par des tâtonnements successifs de manière à réaliser la consistance normale.

Matériels : Balance ; Cylindre ou burette graduée ; Malaxeur conforme à la présente norme ; Appareil Vicat pour le début de prise.



Figure 17: L'appareil de Vicat + prisomètre automatique CONTROLAB ACMEEL

III- Partie de stage :

1- Objectif :

Cet essai à l'objectif de substituer dans le ciment CPJ 55 et CPJ 45 une partie de pouzzolane par du calcaire en respectant la limite des spécifications de la norme 10.1.004.

L'idée est de tester le comportement des ciments en termes de résistances à des niveaux d'addition de calcaire élevés pour améliorer les couts des ciments fabriqués.

2- Type de qualité du ciment :

Chaque usine caractérise par la qualité du ciment qui peut fabriquer selon les besoin des clients et les matières qui sont disponibles. Pour la LafargeHolcime Oujda il existe plusieurs qualités du ciment qui sont :

Table 2 : Type de qualité du ciment

CPJ45 (Ciment portland avec ajout)	CPJ55 (Ciment portland avec ajout)	Perfecto (CPJ25)	CLC (Ciment au laitier et aux cendres)
			Wagon citerne Ou en vrac
Composition de CPJ45	Composition de CPJ55	Composition de Perfecto	Composition de CLC
Clinker + calcaire + pouzzolane + gypse	Clinker + pouzzolane + gypse	Clinker + calcaire + gypse	Clinker + pouzzolane + laitier + gypse

3. Fonctionnement de clinker et les ajouts :

Des **clinkers** bien cuits résultants d'un cru bien dosé et de bon granulométrie présentent des teneurs < 2%.

La chaux libre : est un paramètre essentiel pour juger de la qualité et degré de cuisson du clinker.

La Fluorine est les **matières sulfatées** sont des matières utilisées comme fondant ; accélérant la décomposition de CaCO_3 ; accélérant les réactions à l'état solide ; augmentant la quantité de phase solide ; diminue la température de la formation de clinker ; pour augmenter le début et réduire la consommation calorifique de four et améliorer la qualité du clinker.

Le sulfate apporté pour réguler la prise est limité pour éviter la formation de gonflement dans le ciment durci ; le sulfate joue cependant une action importante sur la cinétique de durcissement du ciment et sur le niveau final des résistances mécaniques ; une augmentation de la teneur en SO_3 entraîne une augmentation de la finisse du ciment.

La MgO « magnésie » ne réagit pas avec les constituants de ciment, il se cristallise ou reste en solution solide dans la phase liquide, une teneur en magnésie trop élevée entraîne des gonflements importants plusieurs années après la mise en place du béton.

Une teneur en phosphate : trop élevée retarde le temps de prise du mortier.

Les sulfates alcalins : influencent parfois favorablement ; parfois défavorablement le niveau des résistances a la compression.

Les oxydes de manganèse et de chrome : doivent être évités pour la fabrication du ciment blanc ou pour les possibilités d'eczéma du ciment.

3. 1 Représentation générale de matières (clinker + ajouts) utilisées pour cet essai :

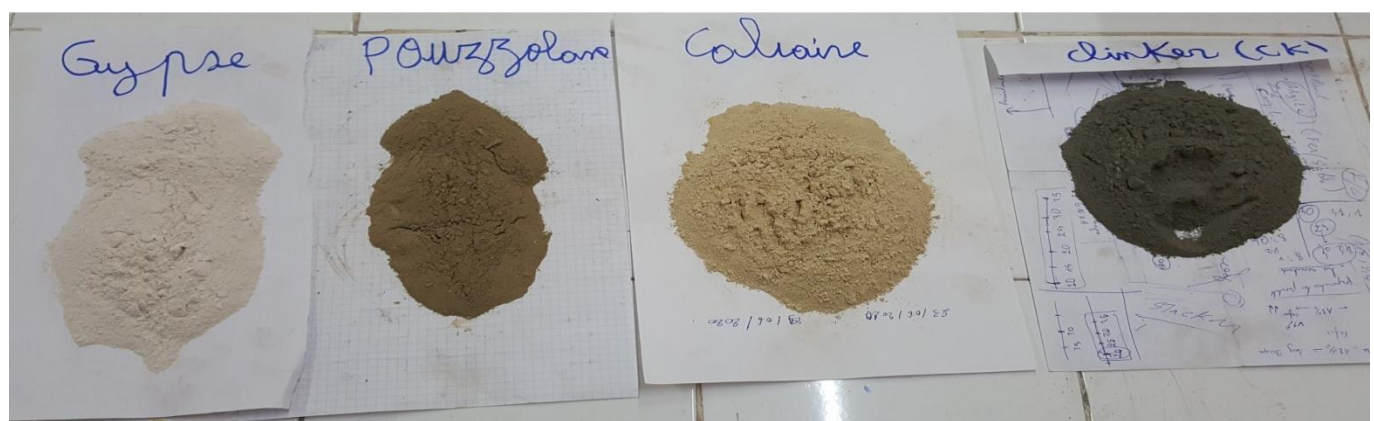


Figure 18 : Clinker plus les ajouts (Calcaire ; Pouzzolane ; Gypse)

3.1.1 Clinker :

Le clinker est un produit artificiel obtenu par la cuisson de la farine crue (Calcaire ; Argile ; Sable ; Fer) dans un four rotatif. La production du clinker se fait en quatre étapes :

- Le séchage et le préchauffage de la farine crue.
- La décarbonatation partielle de la farine crue.
- La clinkérisation.
- Le refroidissement du clinker.

Figure 19 : Clinker concasser



Ainsi les phases majeures du clinker sont notées:

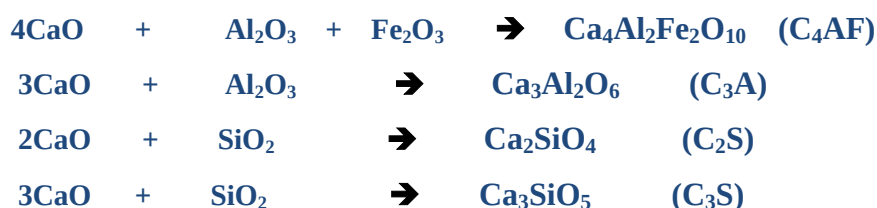
C_4AF pour $Ca_4Al_2Fe_2O_{10}$ (Alumino-ferrite).

C_3A pour $Ca_3Al_2O_6$ (Aluminate).

C_2S pour Ca_2SiO_4 (Bélite).

C_3S pour Ca_3SiO_5 (Alite).

Les réactions de clinkérisation :



3.1.1.1 Influence de la composition minéralogique du clinker sur les propriétés du ciment :

C_3S et C_2S : a un effet sur la résistance initiale et finale et sur la durabilité.

C_3A : effet sur le besoin d'eau et sur le temps de prise et sur la résistance initiale et finale et sur la durabilité.

C_4AF : effet sur la résistance initiale et finale.

3.1.1.2 Les modules chimiques :

Le laboratoire de cimentier basé au cours de chaîne de production du ciment sur les modules chimiques, qui donne une idée sur la composition des matières premières avec ajouts, et lorsque on tombe sur un problème de l'un de ces modules, on fait sur place des corrections selon le degré de problème.

Selon la norme NM 10.1.004 on a :

Module silicique :

$$MS = (SiO_2/Al_2O_3 + Fe_2O_3) \quad (\text{faciliter de cuisson})$$

- Une valeur élevée de MS correspond à une valeur élevée de silice au détriment des agents fondants.

- Une valeur faible de MS provoque un croutage dans la zone de clinkérisation.

Module alumino-ferrique :

$$MAF = (Al_2O_3/Fe_2O_3) \quad (\text{contrôler le } C_3A)$$

Facteur de saturation :

$$LSF = (CaO \cdot 100 / 2,8 \cdot SiO_2 + 1,18 \cdot Al_2O_3 + 0,65 \cdot Fe_2O_3) \quad (\text{contrôler les résistances})$$

⇒ Ces modules dépendent uniquement des éléments principaux (SiO_2 ; Al_2O_3 ; Fe_2O_3), la teneur du clinker en éléments mineurs est aussi importante.

Table 3 : Compositions chimiques du clinker

	Minimum	Maximum
PAF	0,2	1,1
SiO_2	20	24,3
Al_2O_3	3,7	7,1
Fe_2O_3	1,7	5,7
CaO	61	68,1
MgO	1,7	4
SO_3	0,05	1,3
K_2O	0,05	1,4
Na_2O	0,05	0,7
TiO_2	0,15	0,4
Mn_2O_3	0,05	1,2
P_2O_5	0,05	0,6
Cl^-	0	0,1
F^-	0,01	0,3

Table 4 : Compositions minéralogiques du clinker

	Minimum	Maximum
CaO libre	0,6	2,8
Module silicique (MS)	1,8	3,9
Module aluminoferrique (MAF)	0,7	2,8
Facteur de saturation (LSF)	84,8	100,8
Alite C_3S	45	79,7
Bélite C_2S	5,7	29,8
Aluminate C_3A	1,1	14,9
Aluminoferrite C_4AF	2	16,5
Périclase MgO	0	5,8

3.1.2 Gypse :

Le Gypse est une matière première achetée et reçue à l'usine à l'état brut puis concassée dans le concasseur principale puis stockée dans le silo d'ajout gypse. Le gypse c'est une substance blanche utilisée en cimenterie comme retardateur de prise du ciment. Elle est composée principalement du minéral gypse, un sulfate doublement hydraté de calcium. Ce dernier décrit par la formule $CaSO_4 \cdot 2H_2O$. La teneur en SO_3 est au moins $> 30\%$.



Figure 20 : Roche de gypse

Après
concassage



Figure 21 : Gypse concassé

3.1.3 Pouzzolane :

Substances naturelles d'origine volcanique siliceuses ou silico-alumineuses, reçues à l'usine à l'état brut, concassés dans le concasseur principal puis stockées dans le silo d'ajout pouzzolane. Ces matériaux pouzzolaniques sont composés essentiellement de SiO_2 réactive et d' Al_2O_3 . La partie restante contient de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) et d'autres oxydes, la proportion de CaO réactive est négligeable et la teneur en SiO_2 réactive est au moins égale à 25 % en masse.



Figure 22: Roche de pouzzolane

Après
concassage



Figure 23: Pouzzolane concasser

3.1.4 Calcaire :

Extrait de la carrière de l'usine, est concassé au concasseur principal puis stocké dans le silo d'ajout calcaire. Titre en calcaire : $\text{CaCO}_3 > 70\%$ en masse.



Figure 24 : Roche de calcaire

Après concassage



Figure 25 : Calcaire concasser

4. Analyse des matières premières et les ajouts par le spectromètre de fluorescence des rayons X :

4.1 Calibration et l'étalonnage de l'appareil XRF :

Avant de faire les analyses des matières en général par le spectromètre de fluorescence des rayons X, il faut d'abord régler leur fonctionnement, c'est-à-dire l'étalonner par des produits de références leurs compositions déjà reconnus par l'analyste.

Le laboratoire de l'usine LafargeHolcim possède deux étalons de références sous forme de trois perles pour chaque étalon (**XRF 13** certifié par l'organisme **NIST** et **1888a** certifié par l'organisme **JIS**).

L'étalonnage de l'appareil XRF se fait plusieurs fois chaque mois, le tableau suivant représente les analyses des perles des étalonnages de références :

Table 5 : Table des données d'analyse des perles pour les deux étalonnage de références (1888a et XRF 13)

		Etalonnage /Calibration de Fluorescence Rayon X (FRX)															
Etalon		NIST-SMR 1888a								JIS-XRF 13							
Limite inf		21.75	4.44	3.21	64.61	3.11	0.11	2.23	0.57	26.77	9.30	2.10	55.51	3.06	0.09	2.06	0.44
valeur cible		21,60	4,36	3,13	64,36	3,03	0,08	2,15	0,54	26,62	9,22	2,02	55,26	2,98	0,06	1,98	0,41
limite sup		21,45	4,28	3,05	64,11	2,95	0,05	2,07	0,51	26,47	9,14	1,94	55,01	2,90	0,03	1,90	0,38
date	exemple	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	P ₂ O ₅	SO ₃	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	P ₂ O ₅	SO ₃	K ₂ O
29/03/2021	Perle 1	21,52	4,35	3,09	64,40	2,97	0,09	2,23	0,53	26,40	9,27	2,05	55,68	2,94	0,05	1,93	0,44
29/03/2021	Perle 2	21,58	4,36	3,08	64,43	2,98	0,04	2,17	0,54	26,48	9,35	2,04	55,30	3,10	0,06	1,93	0,44
29/03/2021	Perle 3	21,45	4,38	3,11	64,55	2,96	0,04	2,15	0,51	26,58	9,37	2,03	55,27	3,10	0,04	1,91	0,42
	Moyenne	21,52	4,36	3,09	64,46	2,97	0,06	2,18	0,53	26,49	9,33	2,04	55,42	3,05	0,05	1,92	0,43
05/04/2021	Perle 1	21,71	4,36	3,08	64,20	2,99	0,09	2,23	0,55	26,41	9,27	2,05	55,57	2,97	0,04	1,93	0,44
05/04/2021	Perle 2	21,52	4,37	3,10	64,52	2,93	0,04	2,16	0,53	26,77	9,36	2,02	55,10	3,08	0,05	1,92	0,44
05/04/2021	Perle 3	21,54	4,42	3,08	64,38	3,02	0,04	2,17	0,54	26,48	9,35	2,03	55,28	3,10	0,07	1,96	0,45
	Moyenne	21,59	4,38	3,09	64,37	2,98	0,06	2,19	0,54	26,55	9,33	2,03	55,32	3,05	0,05	1,94	0,44
19/04/2021	Perle 1	21,59	4,38	3,07	64,27	3,02	0,11	2,23	0,55	26,55	9,40	2,03	55,12	3,12	0,09	1,96	0,46
19/04/2021	Perle 2	21,54	4,36	3,10	64,50	2,95	0,05	2,09	0,51	26,58	9,36	2,03	55,34	3,00	0,04	1,91	0,44
19/04/2021	Perle 3	21,58	4,38	3,09	64,37	3,01	0,06	2,17	0,54	26,42	9,25	2,05	55,56	2,98	0,04	1,94	0,44
	Moyenne	21,57	4,37	3,09	64,38	2,99	0,07	2,16	0,53	26,52	9,34	2,04	55,34	3,03	0,06	1,94	0,45
03/05/2021	Perle 1	21,56	4,35	3,07	64,29	3,05	0,09	2,24	0,54	26,29	9,23	2,06	55,79	2,88	0,05	1,92	0,45
03/05/2021	Perle 2	21,47	4.40	3,12	64,52	2,94	0,05	2,13	0,52	26,67	9,37	2,02	55,24	3,01	0,04	1,89	0,43
03/05/2021	Perle 3	21,52	4,37	3,09	64,51	2,98	0,04	2,09	0,52	26,58	9,32	2,03	55,20	3,12	0,08	1,94	0,46
	Moyenne	21,52	4,37	3,09	64,44	2,99	0,06	2,15	0,53	26,51	9,31	2,04	55,41	3,00	0,06	1,92	0,45

4.2 Les sources des oxydes minéraux dans les matières premières et les ajouts :

Les tableaux suivants présentent un suivi des analyses des matières premières et les ajouts au cours du temps par l'appareil XRF : **préparation automatique des perles** :

4.2.1 Analyse de calcaire :

Table 6 : Table d'analyse de calcaire

date	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	TiO ₂	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₅
18.03.2018	4,25	1,54	0,91	59,73	1,7	0,12	0,3	0,00	0,00	0,10	0,03	0,04
18.03.2019	5,13	1,74	1,02	58,13	1,95	0,12	0,31	0,00	0,00	0,12	0,04	0,05
18.03.2020	5,11	1,48	1,84	62,2	2,23	0,12	0,31	0,00	0,00	0,13	0,05	0,04
18.03.2021	5,11	1,37	1,84	65,2	1,59	0,1	0,31	0,00	0,00	0,11	0,06	0,03
19.03.2021	7,49	2,4	1,26	61,4	1,4	0,08	0,33	0,00	0,00	0,10	0,05	0,04
16.04.2021	9,23	2,93	1,56	60,58	1,57	0,1	0,3	0,00	0,00	0,12	0,06	0,05
22.04.2021	5,28	1,76	1,01	65,3	1,3	0,21	0,3	0,00	0,00	0,14	0,06	0,04
07.05.2021	9,78	1,91	1,26	63,76	1,23	0,24	0,3	0,00	0,00	0,11	0,04	0,04
moyen	6,423	1,891	1,338	62,038	1,621	0,136	0,308	0,000	0,000	0,116	0,049	0,041

4.2.2 Analyse de l'argile :

Table 7 : Table d'analyse de l'argile

DATE	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl ⁻	TiO ₂	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₅
19.03.2021	49,85	9,2	6,65	20,01	2,44	0,35	1,54	0,00	0,00	0,001	0,001	0,002
19.03.2021	46,13	9,39	6,66	19,16	2,47	0,09	1,68	0,00	0,00	0,002	0,001	0,001
19.03.2021	48,7	12,5	7,61	12,31	2,34	0,06	2,08	0,00	0,00	0,002	0,001	0,002
08.04.2021	47,6	6,94	6,01	24,4	2,26	0,31	1,05	0,00	0,00	0,002	0,002	0,001
08.04.2021	48,87	10,27	4,6	19,72	2,71	0,08	2,67	0,00	0,00	0,002	0,002	0,002
22.04.2021	46,59	12,3	7,54	14,44	2,5	0,15	2,13	0,00	0,00	0,001	0,002	0,002
04.05.2021	48,3	11,06	7,23	15,36	2,56	0,77	2,91	0,00	0,00	0,002	0,001	0,002
07.05.2021	47,33	13,27	7,7	10,55	2,29	0,06	2,24	0,00	0,00	0,002	0,002	0,002
18.05.2021	48,89	8,65	6,14	21,18	2,23	0,11	1,52	0,00	0,00	0,002	0,001	0,002
26.05.2021	49,92	7,87	6,34	25,84	2,49	0,56	1,33	0,00	0,00	0,002	0,001	0,002
moyen	48,218	10,145	6,648	18,297	2,429	0,254	1,915	0	0	0,002	0,001	0,002

4.2.3 Analyse de pouzzolane :

Table 8 : Table d'analyse de pouzzolane

date	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl ⁻	TiO ₂	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₅
12.02.2021	40	13,22	12,12	12,2	5,39	1,2	0,38	1,04	0,30	4,23	1,17	0,28
06.04.2021	40,12	11,23	12,12	13,2	3,2	0,1	0,42	0,8	0,32	3,25	0,28	1,1
16.04.2021	39,88	13,45	13,71	12,01	5,87	0,0	0,88	0,6	0,24	4,08	1,1	0,28
28.04.2021	40,1	14,12	11,2	12,4	3,8	0,0	0,5	0,32	0,20	4,33	1,16	0,28
05.05.2021	40,1	13,98	11,02	11,78	3,52	0,2	0,88	0,33	0,23	4,25	1	0,25
12.05.2021	39,89	12,45	12,25	12,23	4,22	0,0	0,88	0,33	0,30	4,12	1	0,25
01.06.2021	40,36	14,23	12,2	12,70	4,52	0,1	0,49	1,1	0,11	4,4	1	0,22
moyen	40,06	13,24	12,09	12,36	4,36	0,22	0,63	0,65	0,24	4,09	0,96	0,38

4.2.4 Analyse de gypse :

Table 9 : Table d'analyse de gypse

date	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl ⁻	TiO ₂	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₅
30.03.2021	8,39	3,21	2,1	30	2,15	30,05	0,93	0,01	0,012	0,03	0,06	0,02
01.04.2021	5,88	1,8	1,15	30,25	3,4	33,58	0,72	0,00	0,0198	0,00	0,10	0,02
06.04.2021	7,9	2,66	1,15	30,88	2,1	30,87	0,85	0,00	0,012	0,02	0,06	0,02
16.04.2021	10,02	2,55	1,2	31,3	1,4	30,22	0,68	0,00	0,0135	0	0,05	0,02
22.04.2021	6,2	1,65	0,94	29,99	3,64	30,25	0,96	0,00	0,0225	0,03	0,05	0,02
12.05.2021	9,12	2,98	1,99	28,88	2,78	29,74	0,79	0,00	0,0188	0,02	0,06	0,02
20.05.2021	3,99	1,68	0,99	31	1,66	37,52	0,98	0,00	0,0115	0,03	0,05	0,02
01.06.2021	9	3,44	2	30,18	2,12	29,88	0,86	0,00	0,0144	0,01	0,06	0,02
moyen	7,563	2,496	1,440	30,310	2,406	31,514	0,85	0,001	0,016	0,018	0,061	0,020

4.2.5 Analyse de fluorine :

Table 10 : Table d'analyse de fluorine

date	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl ⁻	TiO ₂	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₅
13.02.2021	46,12	13,07	7,60	12,67	2,56	0,03	2,27	0,00	0,00	0,002	0,001	0,001
19.03.2021	45,85	9,2	6,65	20,01	2,44	0,35	1,54	0,00	0,00	0,002	0,002	0,001
08.04.2021	45,6	6,94	6,01	24,4	2,26	0,31	1,05	0,00	0,00	0,002	0,002	0,001

22.04.2021	45,59	12,3	7,54	14,44	2,5	0,15	2,13	0,00	0,00	0,001	0,002	0,002
04.05.2021	44,2	11,06	7,23	15,36	2,56	0,77	1,91	0,00	0,00	0,002	0,001	0,002
07.05.2021	45,33	13,27	7,7	10,55	2,29	0,06	2,24	0,00	0,00	0,002	0,002	0,001
18.05.2021	45,89	8,65	6,14	21,18	2,23	0,11	1,52	0,00	0,00	0,002	0,001	0,002
26.05.2021	45,92	7,87	6,34	25,84	2,49	0,56	1,33	0,00	0,00	0,002	0,001	0,001
moyen	45,483	9,899	6,801	18,826	2,396	0,330	1,674	0,000	0,000	0,002	0,002	0,001

4.2.6 Analyse de laitier :

Table 11 : Table d'analyse de laitier

date	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	TiO ₂	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₅
05.04.2021	36,21	9,9	1,1	42	8,1	0,00	0,25	0	0,033	0,6	0,33	0,21
16.04.2021	36,55	10,22	1,1	41,88	7,89	0,09	0,21	0	0,040	0,48	0,31	0,21
28.04.2021	36,89	10,12	0,98	42	7,77	0,00	0,33	0	0,035	0,6	0,33	0,24
06.05.2021	36,02	10,09	1,03	42,41	6,39	0,10	0,42	0	0,040	0,58	0	0,2
06.05.2021	34,08	10,11	1,64	44,97	5,47	0,10	0,35	0	0,040	0,51	0,00	0,31
12.05.2021	36,52	10,08	1,1	40,12	8,44	0,09	0,33	0	0,045	0,6	0,33	0,24
01.06.2021	36,3	9,9	0,99	40,86	8,12	0,08	0,4	0	0,035	0,88	0,22	0,21
moyen	36,081	10,060	1,134	42,034	7,454	0,066	0,327	0,000	0,038	0,607	0,217	0,231

4.2.7 Analyse de fer :

Table 12 : Table d'analyse de fer

date	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	TiO ₂	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₅
19.03.2021	24,56	5,73	57,8	1,95	4,35	0,18	3,14	0,00	0,00	0,001	0,001	0,002
26.03.2021	24,01	5,41	59,23	3,13	4,74	0,23	3,1	0,00	0,00	0,002	0,001	0,001
29.03.2021	27,58	6,3	56,12	1,15	3,7	0,2	0,35	0,00	0,00	0,002	0,001	0,002
01.04.2021	25,64	6,12	59,9	1,15	3,7	0,2	0,4	0,00	0,00	0,002	0,002	0,001
08.04.2021	27,32	6,38	57,7	1,56	4,32	0,19	4,25	0,00	0,00	0,002	0,002	0,002
16.04.2021	26,85	6,75	59,8	1,42	3,96	0,24	3,21	0,00	0,00	0,001	0,002	0,002
20.04.2021	33,98	8,21	55,13	1,62	5,67	0,19	4,2	0,00	0,00	0,002	0,001	0,002
04.05.2021	24,9	6,41	59,14	1,48	4,14	0,19	3,32	0,00	0,00	0,002	0,002	0,002
07.05.2021	34,68	8,58	58,06	1,57	6,16	0,22	4,66	0,00	0,00	0,002	0,002	0,002
moyen	27,724	6,654	58,098	1,670	4,527	0,204	2,959	0,000	0,000	0,002	0,002	0,002

4.2.8 Analyse de sable :

Table 13 : Table d'analyse de sable

date	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	TiO ₂	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₅
26.03.2021	88,9	5,78	1,18	1,7	1,44	0,13	1,11	0,00	0,0178	0,001	0,001	0,002
29.03.2021	89,28	7,65	1,02	1,02	0	0,13	1,07	0,00	0,0459	0,002	0,001	0,001
01.04.2021	88,12	6,8	1,15	1,2	0,87	0,18	1,11	0,00	0,0389	0,002	0,001	0,002
20.04.2021	89,68	7,27	1,44	1,54	0,05	0,11	1,3	0,00	0,0118	0,002	0,002	0,001
04.05.2021	89,52	7,74	1,69	0,46	0,01	0,08	1,53	0,00	0,0352	0,002	0,002	0,002
07.05.2021	88,46	5,16	1,17	0,73	0	0,06	1,14	0,00	0,0381	0,001	0,002	0,002
18.05.2021	89,37	5,52	1,42	0,24	0	0,05	1,21	0,00	0,0321	0,002	0,001	0,002
moyen	89,047	6,560	1,296	0,984	0,339	0,106	1,210	0,000	0,031	0,002	0,001	0,002

Le tableau suivant donne le moyen de ces analyses :

Table 14 : Table d'analyse des matières premières et les ajouts en terme de moyen

	Moyen											
compose	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	TiO ₂	P ₂ O ₅	Mn ₂ O ₅
calcaire	6,423	1,891	1,337	62,040	1,621	0,136	0,308	0,000	0,000	0,116	0,049	0,041
argile	48,218	10,145	6,648	18,297	2,429	0,254	1,915	0,000	0,000	0,002	0,001	0,002
pouzzolane	40,064	13,249	12,053	12,361	4,360	0,223	0,633	0,646	0,244	4,094	0,959	0,380
gypse	7,563	2,496	1,440	30,310	2,406	31,514	0,859	0,001	0,016	0,018	0,061	0,020
Fluorine	45,483	9,899	6,801	18,826	2,396	0,330	1,674	0,000	0,000	0,002	0,002	0,001
laitier	36,081	10,060	1,134	42,034	7,454	0,066	0,327	0,000	0,038	0,607	0,217	0,231
fer	27,724	6,654	58,098	1,670	4,527	0,204	2,959	0,000	0,000	0,002	0,002	0,002
sable	89,047	6,560	1,296	0,984	0,339	0,106	1,210	0,000	0,031	0,002	0,001	0,002

La représentation graphique des résultats d'analyses par un logiciel spécifique pour les analyse multivariées appelé « The Unscrambler » caractérise par plusieurs fonctionnements, parmi elles ; une projection des individus sur les variables par un graphe de **scores** et de **loadings**.

4.2.9 Représentation graphique des résultats :

⇒ La représentation des individus dans l'espace des variables :

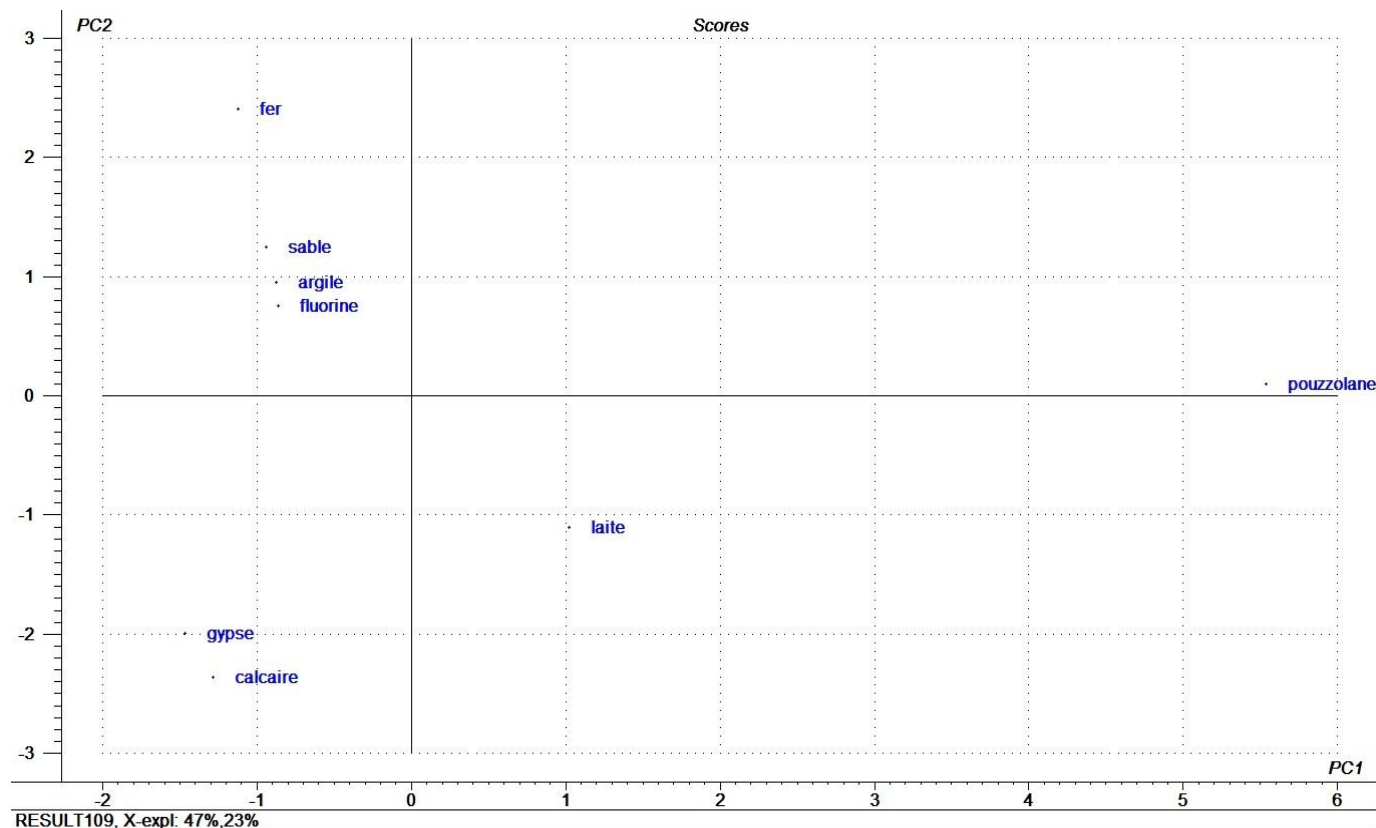


Figure 26 : Représentation des individus dans l'espace des variables (Scores).

⇒ La représentation des variables dans l'espace des individus :

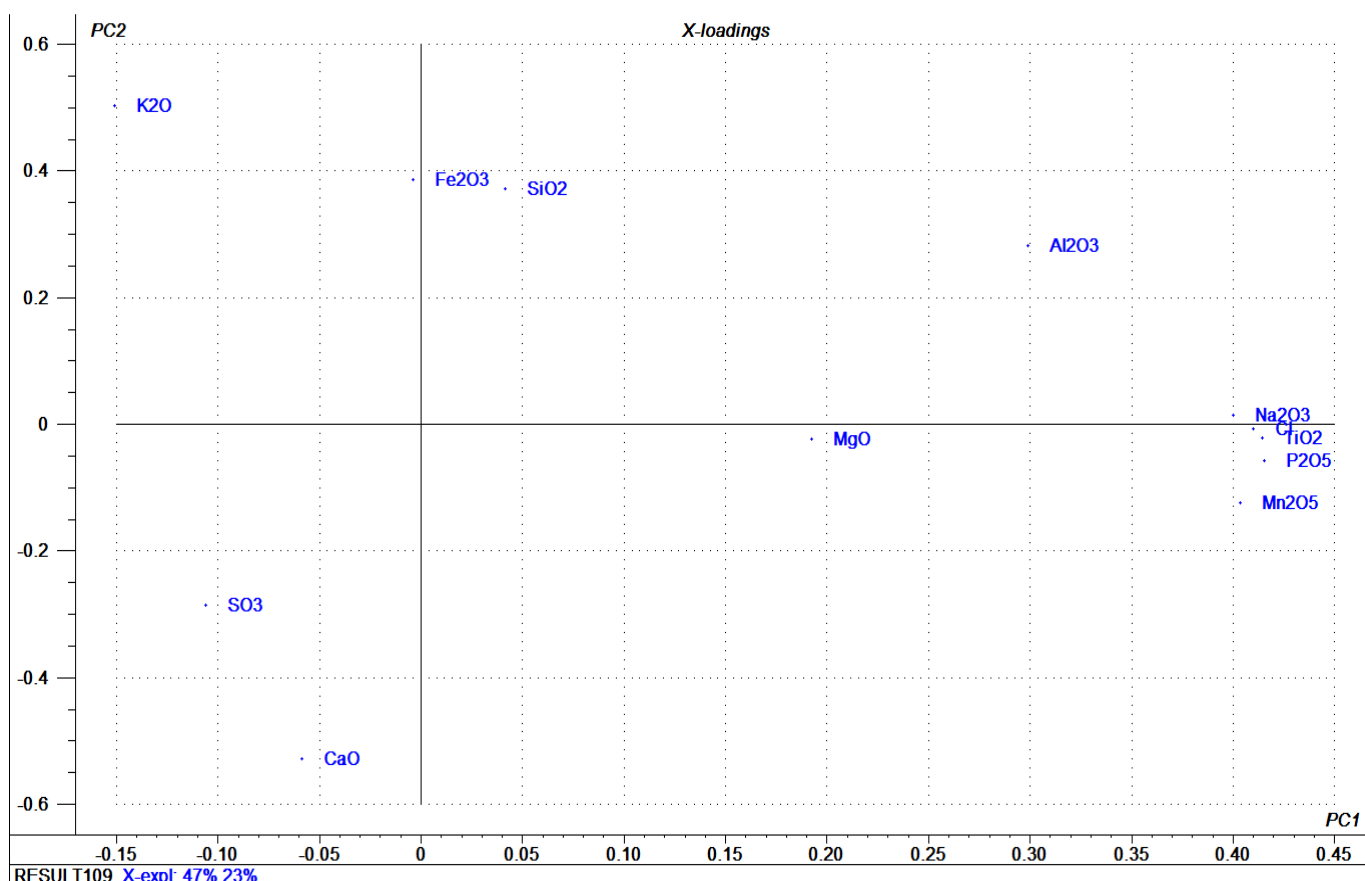


Figure 27 : Représentation des variables dans l'espace individus (X-loadings).

Lorsque on fait une projection de graphe des individus sur le graphe des variables, on peut conclut que : le gypse est un source de SO_3 , le calcaire est un source de CaO , le fer est un source de Fe_2O_3 et de K_2O , le sable est un source de SiO_2 , le laitier est source de MgO , la pouzzolane est une source de Al_2O_3 et Na_2O_3 et aussi de P_2O_5 et Mn_2O_5 ...

5. Préparation de clinker et les ajouts (calcaire ; pouzzolane ; gypse) :

Après l'extraction des ajouts et la réception de clinker après la cuisson, les étapes suivantes doivent être considérer :

- ✚ Concassage de clinker et les ajouts par le concasseur de laboratoire.
- ✚ Broyage de chaque matière dans le broyeur de laboratoire

Le temps de broyage est déterminé selon la structure et la finisse de chaque matière.

On sait que chaque qualité du ciment caractérise par un refus bien déterminé, c'est-à-dire :

Ciment	CPJ45	CPJ55
Refus	8+-1	11+-1

Donc pour la préparation du ciment CPJ55 les matières premières et les ajouts doivent être bien broyées jusqu'à un refus de 8+-1.

✚ Détermination le refus de chaque matière.

Cette analyse est réalisée pour déterminer le pourcentage des refus de ciment après broyage par des tamis de différentes ouvertures (80 μm ; 90 μm ; 45 μm) à l'aide d'un appareil ALPINE.

Après la préparation, il est obligatoire de faire une analyse chimique en perle (voir le mode opératoire de préparation des perles) de clinker avec les ajouts pour contrôler leurs compositions chimique.

Table 15 : Table d'analyse chimique de clinker plus les ajouts

Date 16/04/202 1	Analyses chimiques														
	PAF	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cr ₂ O ₃	Mn ₂ O ₃	P ₂ O ₅	SrO	TiO ₂	Total
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
Clinker	0,71	20,36	5,03	3,28	65,66	2,22	1,63	1,00	0,00	0,01	0,11	0,00	0,02	0,30	100,3
Pouzz	11,85	36,82	13,12	17,78	12,16	4,91	0,00	1,08	0,00	0,05	0,22	0,26	0,17	0,90	99,3
Gypse	27,13	4,63	1,17	0,45	33,39	3,43	28,94	0,18	0,00	0,00	0,02	0,01	0,28	0,06	99,70
Calcaire	37,98	8,20	2,63	1,23	46,30	0,99	1,67	0,86	0,00	0,03	0,04	0,06	0,02	0,12	100,1

6. Préparation des échantillons du ciment CPJ45 et CPJ55 :

Pour la préparation des échantillons, j'ai choisi une quantité de **500g** de chaque échantillon, c'est suffisant pour préparer une mole.

Pour le nombre des essais et la composition de chaque échantillon sont déterminées par les méthodes qui j'ai choisi.

6.1 Méthode directe :

La fabrication du ciment CPJ45 et CPJ55 se fait selon les consignes de pilotage de l'usine en respectant la conformité des résistances du ciment et la limite des spécifications de la norme NM 10.1.

Table 16 : les essais de référence du ciment CPJ45 / 55

ciment	consignes de pilotage			
	clinker	gypse	pouzzolane	calcaire
CPJ45	63	5	27	5
CPJ55	68	5	27	0

Pour chaque qualité du ciment, on va substituée dans chaque essai une quantité de pouzzolane par du calcaire, tout en gardant le pourcentage de clinker et de gypse constante (méthode directe).

Table 17 : Les essais du ciment CPJ55 en masse

	CPJ55 en masse (g)			
Essais	Clinker	Gypse	Pouzzolane	calcaire
Reference	340	25	135	0
1 ère ech	340	25	125	10
2 ème ech	340	25	115	20
3 ème ech	340	25	105	30
4 ème ech	340	25	95	40
5 ème ech	340	25	85	50

Table 18 : Les essais du ciment CPJ45 en masse

	CPJ45 en masse (g)			
Essais	Clinker	Gypse	Pouzzolane	calcaire
Reference	315	25	135	25
1 ère ech	315	25	125	35
2 ème ech	315	25	115	45
3 ème ech	315	25	105	55
4 ème ech	315	25	95	65
5 ème ech	315	25	85	75

Table 19 : Les essais du ciment CPJ55 en %

	CPJ55 en %			
Essais	Clinker	Gypse	Pouzzolane	calcaire
Reference	68	5	27	0
1 ère ech	68	5	25	2
2 ème ech	68	5	23	4
3 ème ech	68	5	21	6
4 ème ech	68	5	19	8
5 ème ech	68	5	17	10

Table 20 : Les essais du ciment CPJ45 en %

	CPJ45 en %			
Essais	Clinker	Gypse	Pouzzolane	calcaire
Reference	63	5	27	5
1 ère ech	63	5	25	7
2 ème ech	63	5	23	9
3 ème ech	63	5	21	11
4 ème ech	63	5	19	13
5 ème ech	63	5	17	15

6.2 Méthode par la méthodologie de plan de mélange :

6.2.1 Le plan de mélange :

6.2.1.1 Définition :

Les **plans de mélange** sont des plans d'expériences que l'on utilise lorsque l'on étudie des produits composés de plusieurs constituants.

6.2.1.2 Objectif :

Étude de l'influence des proportions relatives (**xi**) de plusieurs constituants du mélange sur une ou plusieurs propriétés (réponses expérimentales) dans un domaine fixé.

6.2.1.3 Modèle mathématique :

Les facteurs sont les pourcentages (ou masse) **Xi** de chaque constituant **i** du mélange. Les réponses **Y** sont exprimées en fonction de ces **Xi**. Il faut tenir compte de la contrainte suivante :

$$\sum x_i = 1 \quad \text{Avec :} \quad 0 < X_i < 1 \quad \text{et} \quad X_1 + X_2 + X_3 = 1$$

Le modèle mathématique est exprimé par des termes de première et deuxième et troisième ordres (les constituants avec leurs interactions) :

$$Y = \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ijk} x_i x_j x_k$$

Interprétation de modèle mathématique :

On a que : $Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$

Pour le plan de mélange on a que : $\sum x_i = 1$ et $x_1 + x_2 + x_3 = 1$

Donc ; $Y = a_0 * 1 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$

$$Y = a_0 * (X_1 + X_2 + X_3) + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$$

$$Y = a_0 X_1 + a_0 X_2 + a_0 X_3 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$$

$$Y = (a_0 + a_1) * X_1 + (a_0 + a_2) * X_2 + (a_0 + a_3) * X_3$$

$$Y = b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3$$

6.2.2 Plan de mélange avec contraintes :

Dans cet essai et par la méthode de plan de mélange, on va substituer des quantités de **clinker** et de **gypse** et de **pouzzolane** par du **calcaire**, on va appliquer le plan de mélange pour chaque qualité ciment avec les contraintes suivants :

❖ Domaine expérimentale :

Table 21 : Domain expérimentale du ciment CPJ45

	CPJ45			
xi	Niveau	Contrainte inf	cible	Contrainte sup
x1	CPA	0,6	0,63	0,7
x2	Pouzzolane	0,2	0,28	0,3
x3	Calcaire	0	0,05	0,1

Table 22 : Domain expérimentale du ciment CPJ55

	CPJ55			
xi	Niveau	Contrainte inf	cible	Contrainte sup
x1	CPA	0,7	0,77	0,8
x2	Pouzzolane	0,1	0,18	0,2
x3	Calcaire	0	0,05	0,1

- ✓ Pouzzolane et Gypse sont des ajouts.
- ✓ CPA : c'est une qualité de ciment : ciment portland sans ajouts (Clinker + Gypse).

$$CPA (100\%) = 95\% \text{ Clinker} + 5\% \text{ Gypse}$$

❖ Réponse(s) expérimentale(s) :

	Response
Y1; Y2; Y3	Résistance 2jrs ; 7 jrs; 28 jrs

❖ Les essais expérimentaux :

Table 23 : matrice d'expérience du ciment CPJ55

Essais	CPJ55		
	CPA	Pouzzolane	Calcaire
1	0,70	0,20	0,10
2	0,80	0,10	0,10
3	0,80	0,20	0,00
4	0,75	0,15	0,10
5	0,75	0,20	0,05
6	0,80	0,15	0,05
7	0,767	0,167	0,067
8	0,733	0,183	0,083
9	0,783	0,133	0,083
10	0,783	0,183	0,033

Table 24 : matrice d'expérience du ciment CPJ45

Essais	CPJ45		
	CPA	Pouzzolane	Calcaire
1	0,60	0,30	0,10
2	0,70	0,20	0,10
3	0,70	0,30	0,00
4	0,65	0,25	0,10
5	0,65	0,30	0,05
6	0,70	0,25	0,05
7	0,667	0,267	0,067
8	0,633	0,283	0,083
9	0,683	0,233	0,083
10	0,683	0,283	0,033

❖ Les essais expérimentaux en masse en masse :

Table 25 : matrice d'expérience en masse de CPJ55

Essais	CPJ55 : en masse (g)		
	CPA	Pouzzolane	Calcaire
1	350	100	50
2	400	50	50
3	400	100	0
4	375	75	50
5	375	100	25
6	400	75	25
7	383,335	83,335	33,335
8	366,665	91,665	41,665
9	391,665	66,665	41,665
10	391,665	91,665	16,665

Table 26 : matrice d'expérience en masse de CPJ45

Essais	CPJ45 : en masse (g)		
	CPA	Pouzzolane	Calcaire
1	300	150	50
2	350	100	50
3	350	150	0
4	325	125	50
5	325	150	25
6	350	125	25
7	333,335	133,335	33,335
8	316,665	141,665	41,665
9	341,665	116,665	41,665
10	341,665	141,665	16,665

Pour déterminer le pourcentage de clinker et de gypse à partir de CPA on a comme suivant :

$$\text{CPA (100\%)} = 95\% \text{ Clinker} + 5\% \text{ Gypse}$$

$$100\% \text{ (CPA)} \longrightarrow 95\% \text{ (CK)} \quad \text{avec : CK = Clinker}$$

$$70\% \text{ (CPA)} \longrightarrow X\% \text{ (CK)}$$

$$\% \text{ Clinker} = (70\% \text{ (CPA)} * 95\% \text{ (Clinker)}) / 100\% \text{ (CPA)}$$

$$\text{Ou } X_{\text{clinker}} = (0.7(\text{CPA}) * 0.95(\text{Clinker})) / 1 (\text{CPA})$$

$$\text{Et } \text{Gypse} = 100\% - \% \text{Clinker} \quad \text{ou} \quad X_{\text{gypse}} = 1 - X_{\text{clinker}}$$

7. Essai de résistance à la flexion et compression :

7.1 Préparation des moles (gâchage) et leurs concassages pour les deux méthodes :

Le mode opératoire de cet essai il est bien détaillé dans la partie des essais physiques.

Chaque échantillon doit être versé dans le malaxeur et le met en marche, puis il faut verser le mélange dans le moule à l'aide d'une spatule et met le moule dans l'appareil à choc pour entasser les bulles d'air et on racle la surface du moule.

Le moule se conservé dans une armoire d'humidité de 97 % et $T = 20^\circ\text{C}$ pendant 24h, et après il faut démoulage et conserver les éprouvettes dans des casiers remplis par l'eau pour faire la casse de 2j ; 7j ; 28j.

Table 27 : Les étapes de préparation des moles (gachage).

Mode opératoire	les équipements+ les échantillons
- Peser 450 g +/- 2g de ciment et 1350 +/- 5 g de sable normalisé et 225 g +/- 1 g d'eau distillé. Ces composés doit être à une température de $20 \pm 2^\circ\text{C}$.	Les échantillons  sable normalisé 
Mettre les composés dans le malaxeur et le met en marche.	Malaxeur   

Moule à ciment en acier 4*4*16cm



Appareil à choc



- Verser le mélange dans le moule à l'aide d'une spatule et met le moule dans l'appareil à choc pour entasser les bulles d'air et on racle la surface du moule.

Les moules



Armoire (humidité de 97% et T = 20 C°)

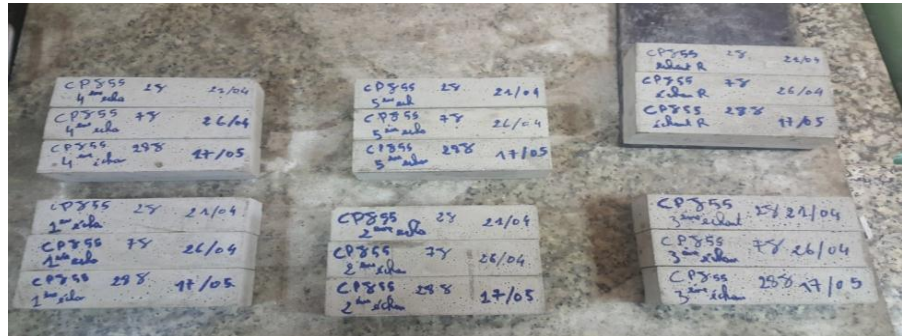


- Le moule se conservé dans une armoire d'humidité de 97 % et température de 20C°pendant 24h.

Les casiers remplis d'eau



Les moules de ciment



Appareil de concassage par flexion et compression



- Fait le démoulage et conserver les éprouvettes dans des casiers remplis par l'eau pour faire la casse de 2j ; 7j ; 28j.



Les moules de ciment concassée



8. La résistance du ciment :

On obtient différents types de ciment aux classes de résistance à la compression variées.

La classe de résistance d'un ciment est la valeur de résistance à la compression (exprimée en MPas), mesurée sur éprouvettes (moule) 4x4x16cm, 28 jours après leur confection et conservées dans l'eau à 20°C.

Il y a par exemple le ciment CPJ55 et CPJ45 et Perfecto (CPJ25).

9. Les facteurs influençant sur la résistance du ciment à la compression :

Il existe plusieurs facteurs qui influencent soit directe ou indirecte sur la résistance du ciment, prenant par exemple :

9.1 La teneur en SO₃ dans le ciment :

Le tableau suivant représente les résultats des résistances 28jrs en fonction de la teneur en SO₃ dans le ciment par l'analyse chimique par Spectrométrie de Fluorescence des royaux X (XRF) :

Table 28 : Table de variation de la résistance 28 jrs du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO₃.

CPJ55	
SO ₃	RC 28jrs
0,86	35,31
0,96	35,82
1,11	36,3
1,36	36,84
1,55	37,33
1,89	37,9
1,95	38,03
2,13	39,15
2,35	44,03
2,81	48,11
2,8	47,12
2,94	49,6
2,81	48,12
2,78	50,8
2,65	48,93
2,67	48,9
2,7	48,8
2,44	48,91
2,67	50,1
2,7	47,4
2,57	48,7
2,81	46,6
3,12	45,6
3,24	45,22
3,56	44,8
4,23	40,6
4,67	39,8
4,88	38,9
5,06	37,81

Traçage de courbe de variation de la résistance 28 jrs du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO₃ par un logiciel de R studio avec les commandes suivants :

```
> CPJ55 = read.table ("clipboard", header = T, sep = "\t", dec=",")
> SO3 = CPJ55$So3 ; Res.28jrs = CPJ55$RC.28jrs
> plot(SO3, Res.28jrs, type ="p", pch =18, cex =1, col = "red", xlab =
"SO3 (%)", ylab = "Résistance 28jrs (MPas)" , ylim = c(0,55),
xlim = c(0,6), col.lab = "red", main = "variation de résistance du
ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO3")
```



variation de la résistance 28jrs du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO₃

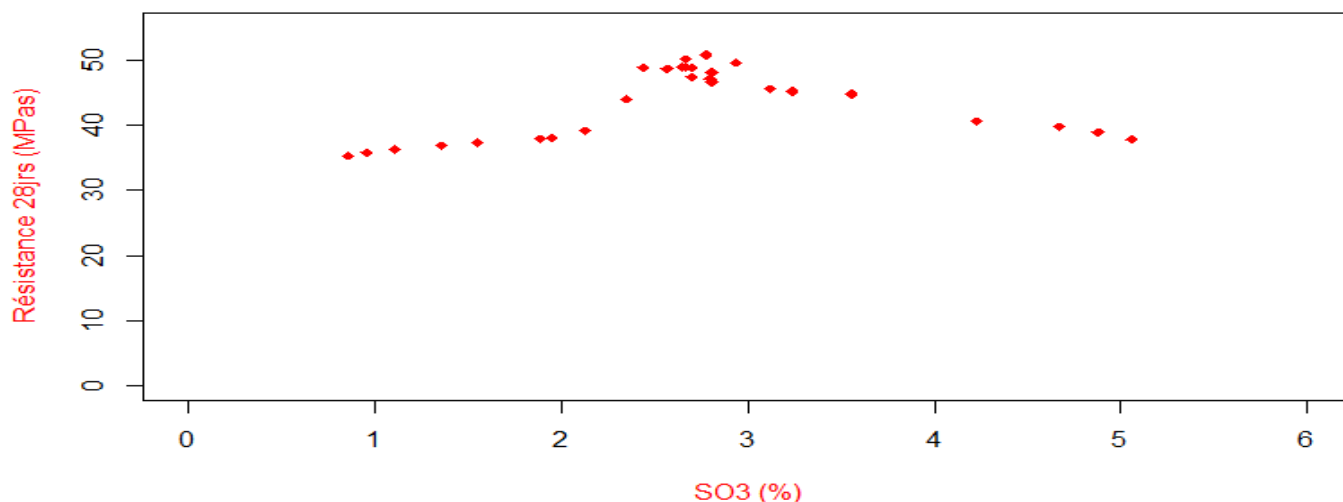


Figure 28 : Variation de la résistance (28 jours) du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO₃

⇒ Le ciment a besoin d'un minimum de sulfate pour développer un niveau acceptable de résistance mécanique final. L'optimum est situé entre 2 et 3,5 %.

Le tableau suivant représente la variation de début de prise du ciment en fonction de SO₃ dans le ciment :

Table 29 : Table de variation de début de prise du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO₃

CPJ55	
SO ₃	début de prise
1,61	145
1,66	148
1,71	150
1,78	158
1,82	162
1,88	167
1,94	172
1,98	179
2,04	187
2,14	212
2,24	221
2,34	231
2,39	235
2,41	241
2,45	265
2,48	293
2,5	300

Traçage de courbe de variation de temps de prise du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO₃ par un logiciel de R studio avec les commandes suivants :

```
> CPJ55 = read.table("clipboard", header = T, sep = "\t", dec = ",")
> SO3 = CPJ55$SO3 ; Debut.prise = CPJ55$debut.de.prise
> plot(SO3, Debut.prise, type = "b", pch = 21, bg = "green", cex = 1, xlab = "SO3(%)",
ylab = "Début de prise", ylim = c(120, 305), xlim = c(1.6, 2.6), main = "variation de
début de prise du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO3", cex.main = 1)
```



variation début de prise de ciment CPJ55 en fonction de teneur en SO₃

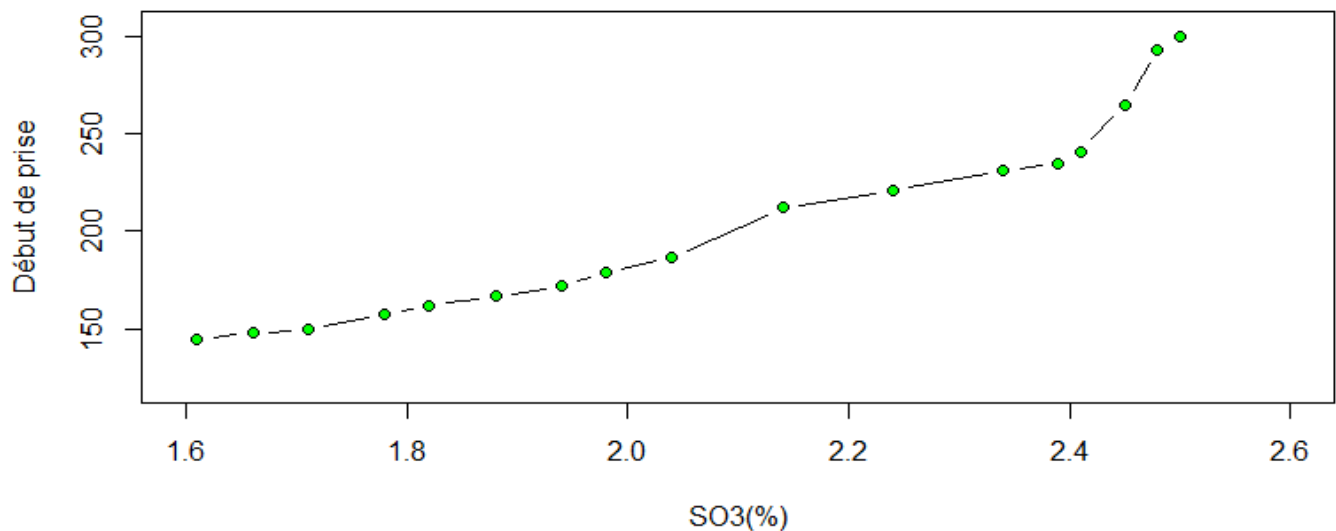


Figure 29 : Variation de début de prise du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en SO₃

➔ Pour pouvoir mettre en œuvre le béton ou le mortier, le ciment ne doit pas durcir trop rapidement. Un maximum de sulfate est nécessaire (régulateur de prise du ciment).

Le temps de durcissement du ciment augmente avec l'augmentation de SO₃, on dit que le SO₃ est un retardateur de temps de prise du ciment.

Le sulfate (SO₃) apporté pour réguler la prise est limité pour éviter la formation de gonflement dans le ciment durci, et aussi joue cependant une action importante sur la cinétique de durcissement du ciment et sur le niveau final des résistances.

9.2 La teneur en CaO (I) dans le clinker :

Par une analyse microscopique, on peut déterminer la composition minéralogique de clinker :

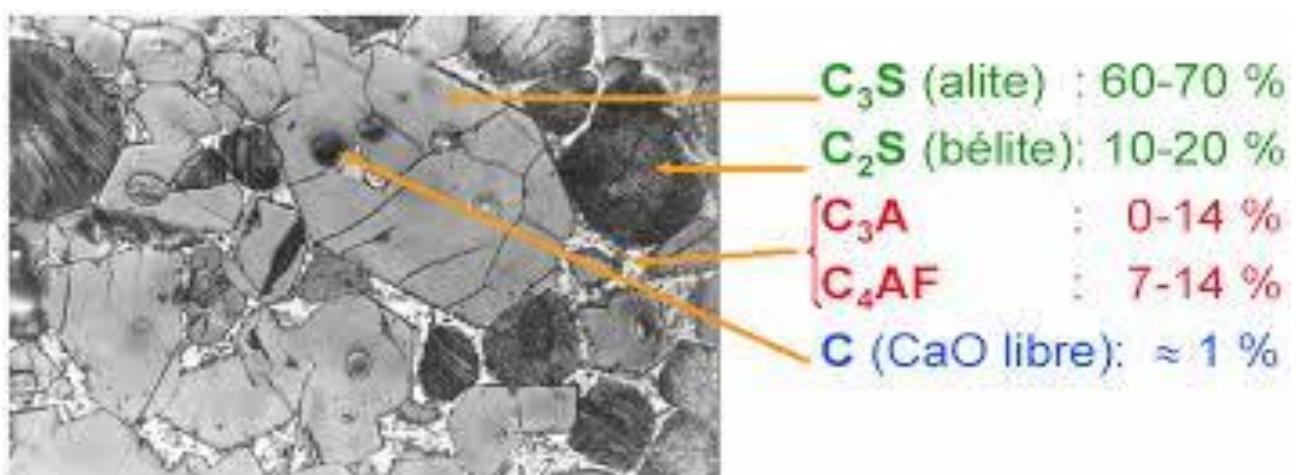


Figure 30 : Microscopique de clinker

Table 30 : Table de variation de la résistance 28jrs du ciment CPJ55 en fonction de teneur en CaO (l) dans le clinker.

Clinker	
CaO(l)	Res28jrs
0,36	52,41
0,39	52,24
0,43	51,76
0,56	51,12
0,61	50,76
0,96	50,56
1,31	50,24
1,52	50,12
1,67	49,95
1,87	49,86
1,98	49,67
2,11	48,86
2,32	48,7
2,51	48,45
2,58	48,31
2,62	47,6
2,66	47,3
2,72	47,1
2,78	47,02
2,81	46,56
2,83	46,35
2,86	46,24
2,93	46,11

Traçage de courbe de variation de la résistance 28jrs du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en CaO dans le clinker par un logiciel de R studio avec les commandes suivantes :

```
> CPJ55 = read.table("clipboard", header = T, sep = "\t", dec = ",")
> CaOl = CPJ55$CaO.l. ; Res.28jrs = CPJ55$Res28jrs
> plot(CaOl, Res.28jrs, type="b", col = "blue", xlab = "CaO libre (%)", ylab =
"Résistance 28jrs (MPas)",ylim=c(45,55), xlim=c(0,3.3), col.lab="red",
main="variation de la résistance 28 jrs du ciment CPJ55 en fonction de la
chaux libre dans le clinker",cex.main = 1)
```



variation de résistance de ciment CPJ55 en fonction de la chaux libre

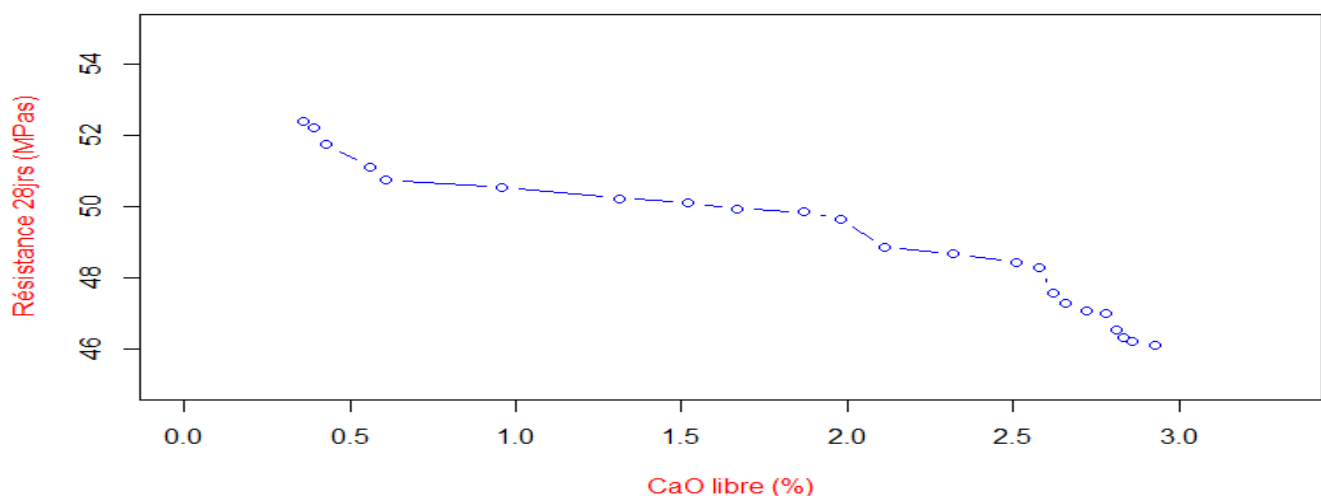


Figure 31 : Variation de la résistance (28 jours) du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en CaO (l)

➔ La chaux libre est un facteur défavorable pour le développement des résistances. Une augmentation de la chaux libre est le signe d'une dégradation de la qualité de la cuisson.

Mauvaise cuisson de clinker défavorise la combinaison entre la chaux avec les oxydes minéraux (SiO_2 ; Al_2O_3 ; Fe_2O_3)

9.3 La teneur en C_3Sc dans le clinker :

Table 31 : Table de variation de la résistance 28jrs du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en C_3Sc dans le clinker.

Clinker	
C_3Sc	Res28jrs
41,45	31,45
42,14	32,16
42,34	32,88
43,56	33,89
43,98	34,78
45,45	37,16
48,34	42,16
50,67	44,12
52,23	44,34
55,98	45,89
57,36	47,16
59,03	48,34
63,12	49,78
63,4	50,03
63,6	50,56
64,67	50,88
64,98	50,56
65,05	51,05
65,23	51,15
65,45	51,34
65,85	51,78
66,33	52,56
66,71	52,78
70,23	53,98
74,45	54,12

Traçage de courbe de variation de la résistance 28jrs du ciment CPJ55 en fonction de la teneur en C_3Sc dans le clinker par un logiciel de R studio avec les commandes suivants :

```
> CPJ55 = read.table("clipboard", header = T, sep = "\t", dec = ",")
> C3Sc = CPJ55$C3Sc ; Res.28jrs = CPJ55$Res28jrs
> plot(C3Sc, Res.28jrs, type= "b", cex = 1, pch = 21, bg = 2, xlab =
"C3Sc(%)", ylab = "Résistance 28jrs (MPas)", ylim = c(0,60), col.lab="red",
main="variation de la résistance 28 jrs du ciment CPJ55 en fonction de
C3Sc",cex.main = 1)
```



variation de résistance de ciment CPJ55 en fonction de C_3Sc

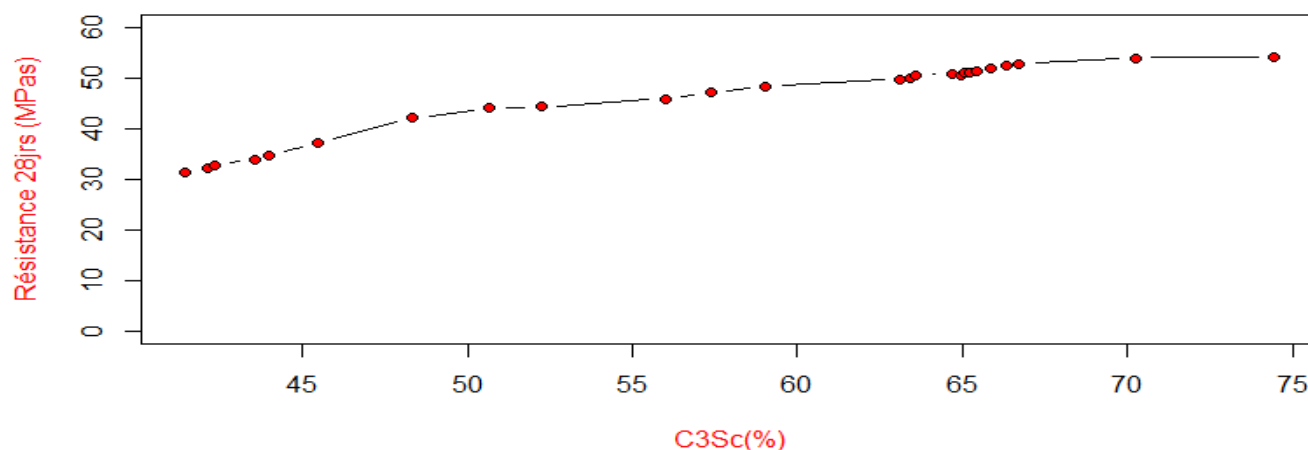


Figure 32 : Variation de la résistance (28 jours) du ciment CPJ55 en fonction de C_3Sc

⇒ Le C3Sc est favorable au développement des résistances finales, donc une augmentation du C₃Sc conduit à une augmentation parallèle de résistance 28 jrs du ciment.

10. Les résultats des résistances du ciment CPJ45/55:

✚ Les conditions de conformité du ciment :

Le domaine d'acceptation des résistances de qualités de ciment, il est fixé par le laboratoire selon le besoin des clients et parallèlement en respectant la limite des spécifications de la norme NM 10.1.004.

Table 32 : Domaine d'acceptation des résistances du ciment CPJ45/55 (MPas)

Selon le besoin de client		
Résistance (MPas)	min	max
CPJ45	36	42
Selon la NM 10.1.004		
CPJ45	32,5	ou plus

Selon le besoin de client		
Résistance (MPas)	min	max
CPJ55	46	52
Selon la NM 10.1.004		
CPJ55	42,5	ou plus

Donc selon le besoin de client, on a augmenté la valeur minimal de résistances (28 jrs) du ciment, c'est utile pour les clients et acceptable pour la NM 10.1.004.

On peut dépasser la résistance maximale **X_{max}** du CPJ45 (42%) et CPJ55 (52%), Car il est bénéfice pour la qualité du ciment et aussi pour le client.

- Selon la NM 10.1.004: le **Clinker** doit être varie entre **(65 % et 95%)** pour tomber ver des ciments bien résistants.

- Usine de Oujda diminuer le % de clinker ver **62 %** comme valeur Min, car il utilise comme ajout la pouzzolane plus des incuits (Clinker non cuit), c'est-à-dire il y a une quantité de clinker ajouter avec la pouzzolane qui va augmenter le % de Clinker.

Clinker	Selon le laboratoire	
	Min	Max
	62%	95%

10.1 La méthode directe :

10.1.1 Ciment CPJ45 :

10.1.1.1 Résultats des résistances du ciment CPJ45 après 2 et 7 et 28 jours :

=> Pour la méthode directe, on substitué une quantité de pouzzolane par du calcaire, en gardant le pourcentage de CPA (Clinker + Gypse) constante.

➤ En pourcentage :

Le tableau suivant présente la variation des résistances du ciment CPJ45 dans les mêmes conditions de température et d'humidité au cours du temps en fonction de pourcentage des constituants du ciment.

Table 33: Table de variation de résistance du ciment CPJ45 en fonction de pourcentage des constituants

	Essais	% Clinker	% Gypse	% Pouzzolane	% calcaire	Rés 2 jrs (MPas)	Rés 7 jrs (MPas)	Rés 28 jrs (MPas)
CPJ 45	Reference	63	5	27	5	21,45	32,85	44,65
	1 ère ech	63	5	25	7	20,60	31,95	44,23
	2 ème ech	63	5	23	9	20,25	31,82	43,95
	3 ème ech	63	5	21	11	20,13	30,80	42,50
	4 ème ech	63	5	19	13	20,02	30,30	41,70
	5 ème ech	63	5	17	15	19,85	30,50	41,50

- Après même temps et dans les mêmes conditions de moulage, on a substituée progressivement pour ces cinq essais une quantité de **pouzzolane** par du **calcaire**, par rapport à l'échantillon de référence.

- L'essai de référence de fabrication du ciment **CPJ45** à l'échelle industrie à une résistance de **44.65 MPas** après 28 jours de moulage.

- On constat que lorsque la substituant d'une partie de pouzzolane par du calcaire, la résistance du ciment diminuer par rapport au référence, **donc le calcaire diminue la résistance du ciment**.

⇒ La substituant de grande quantité de pouzzolane par du calcaire à un effet négatif sur la résistance du ciment.

- Les cinq essais sont acceptables pour le laboratoire, Car selon le besoin de client toutes les résistances supérieurs à **36 MPas**.

→ On peut remplacer l'essai de référence par le cinquième essai, Car **10%** de pouzzolane est substituée par du calcaire avec une résistance 28 jrs de **41,50 MPas** du ciment CPJ45, qui va diminuée le cout de l'essai et augmenté leur revenu, donc on peut mettre en considération cet essai.

10.1.1.2 Détermination le cout avec le revenu de cinq essais de CPJ45 à l'échelle industriel :

Pour les années 2019-2020 : A l'échelle industrielle, le tonnage de production du ciment pour LafargeHolcim Oujda à une moyen de **650 000 t/ année**, cette diminution de production du ciment est à cause d'impact de coronavirus sur toutes les domaines économique. « Source : gestion de commerce ».

Table 34 : Quantité de production du ciment en tonne par année

Année	650000	t/ année
Jour	1780,82	t/ jour

Selon la gestion de commerce de LafargeHolcim Oujda, le tonnage des qualités du ciment produire chaque année est résumé dans la table suivant :

Table 35 : Quantité de production du ciment CPJ45/55 en tonne par année

Qualité	CPJ55	CPJ45
%	59	12
tonne / année	383500	78000
tonne / jour	1050,68	213,70

$$\begin{aligned}\text{Prix}_{\text{Clinker}} &= 59 \times 650000 / 100 \\ &= 383500 \text{ DH / année} \\ &= 383500 / 365 \\ &= 1050.68 \text{ DH/ jour}\end{aligned}$$

Le tableau suivant présente le prix de Clinker et les ajouts selon la gestion de commerce de l'usine LafargeHolcim Oujda :

Table 36 : Le cout de clinker et les ajouts

Composant	Clinker	Gypse	Pouzzolane	Calcaire
Prix en DH / t	325	130	70	9,5

Le cout et le revenu de ces cinq essais, en se basant sur les tableaux précédents :

Table 37 : Variation de cout et le revenu des essais du ciment CPJ45 en fonction de pourcentage des constituants

Essais	CPJ45				
	Rés 28 jrs	cout/t	revenu DH / t	revenu DH / jours	revenu DH / année
Référence	44,65	230,625	0,00	0,00	0,00
1 ère ech	44,23	229,415	1,21	258,58	94380,00
2 ème ech	43,95	228,205	2,42	517,15	188760,00
3 ème ech	42,50	226,995	3,63	775,73	283140,00
4 ème ech	41,70	225,785	4,84	1034,30	377520,00
5 ème ech	41,50	224,575	6,05	1292,88	471900,00

- Les résistances obtenus pour ces cinq essais sont acceptables pour le laboratoire et à la portée de clients et il y a des différences entre ces essais selon le cout de l'essai et le revenu de production.
- le 5^{ème} essai, c'est l'essai le plus efficace pour mon objectif et aussi acceptable pour la NM 10.1.004, j'ai substitué $(27-17) = 10 \%$ de pouzzolane par du calcaire et j'ai obtenu une résistance de 28 jrs de **41.50 MPas** > à **36 MPas**.

- On a diminué le cout de fabrication du ciment CPJ45 de **230,625 DH / t** à **224,575 DH / t**, Donc on a gagné **6,05 DH/t**.
- le **5^{ème}** essai, c'est l'essai ou on a moins de cout de production du ciment CPJ45 et plus de revenu pour l'année environ de **471900 DH / année**.

10.1.2 Ciment CPJ55 :

10.1.2.1 Résultats des résistances du ciment CPJ55 après 2 et 7 et 28 jours :

➤ En pourcentage :

Ce tableau présente l'évolution des résistances du ciment CPJ55 dans les mêmes conditions de température et d'humidité au cours du temps en fonction de pourcentage des constituants du ciment.

Table 38 : Table de variation de résistance du ciment CPJ55 en fonction de pourcentage des constituants

Essais	% Clinker	% Gypse	% Pouzzolane	% calcaire	Res 2 jrs	Res 7 jrs	Res 28 jrs
Reference	68	5	27	0	24,00	35,55	47,75
1 ère ech	68	5	25	2	22,90	34,35	46,85
2 ème ech	68	5	23	4	22,76	34,20	45,45
3 ème ech	68	5	21	6	22,55	33,81	45,20
4 ème ech	68	5	19	8	22,36	33,60	45,11
5 ème ech	68	5	17	10	22,15	32,73	44,63

- Lorsque on utilise le calcaire comme ajout dans le ciment CPJ55, il y a une diminution directe de la résistance du ciment CPJ55, car le ciment CPJ55 est un ciment à haut résistance s'intéresse seul sur le gypse et la pouzzolane.

Donc la pouzzolane a un impact positif sur le ciment, il augmente les résistances, c'est pour cela il est cher que le calcaire qui n'influence pas beaucoup sur la résistance du ciment.

- Lorsqu' on compare la résistance de référence **47.75 MPas** avec les autres résistances, on peut constater que plus en substituée une quantité de pouzzolane par du calcaire, les résistances diminuent progressivement.

- Lorsque on compare les résultats des résistances de CPJ55 avec l'intervalle de travail de besoin de client, seul le **1^{ère}** essai qui est acceptable pour le laboratoire par rapport au référence à une résistance de **46.85 MPas > 46 MPas**.

- les essais 2 ; 3 ; 4 et 5 sont négligeables par rapport au référence, car leurs résistance 28 jrs **< à 46 MPas**.

Donc lorsque en substituée une quantité de **2%** de pouzzolane par du calcaire, en tombe vers une résistance de **46,85 MPas**, donc on peut mettre en considération cet essai.

10.1.2.2 Détermination le cout avec le revenu de cinq essais de CPJ55 à l'échelle industriel :

Table 39 : Variation de cout et le revenu des essais du ciment CPJ55 en fonction de pourcentage des constituants

Essais	CPJ55				
	R 28 jrs	cout/t	revenu DH	revenu DH / jours	revenu DH / année
Référence	47,75	246,4	0,00	0,00	0,00
1 ère ech	46,85	245,19	1,21	1271,33	464035,00
2 ème ech	45,45	243,98	2,42	2542,66	928070,00
3 ème ech	45,20	242,77	3,63	3813,99	1392105,00
4 ème ech	45,11	241,56	4,84	5085,32	1856140,00
5 ème ech	44,63	240,35	6,05	6356,64	2320175,00

- Pour fabriquer le ciment CPJ55 par les pourcentages des constituants de première essai, on a besoin d'un cout de **245,19 DH / t** qui est inférieur au cout de référence de **246,4 DH / t** c'est-à-dire on gagne **1,21 DH / t** ou **464035 DH / année**.

Résumé : Table 40 : Les nouveaux essais de fabrication du ciment CPJ45/55 par la méthode directe.

Ciment	Méthode direct							
	Clinker	Gypse	Pouzzolane	Calcaire	Rés 28 jrs	cout DH/t	Revenu DH/t	Revenu DH/ année
CPJ45	63	5	17	15	41,50	224,575	6,05	471900,00
CPJ55	68	5	25	2	46,85	245,19	1,21	464035,00

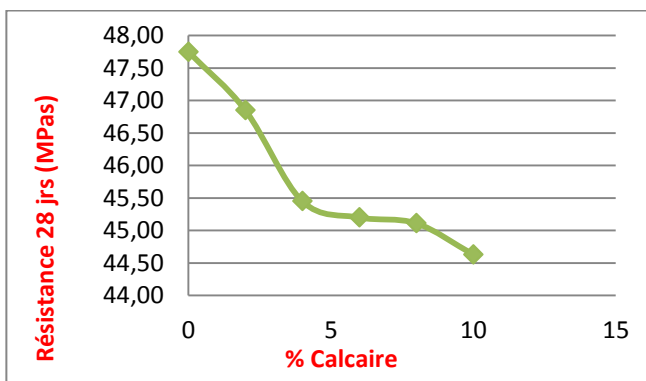
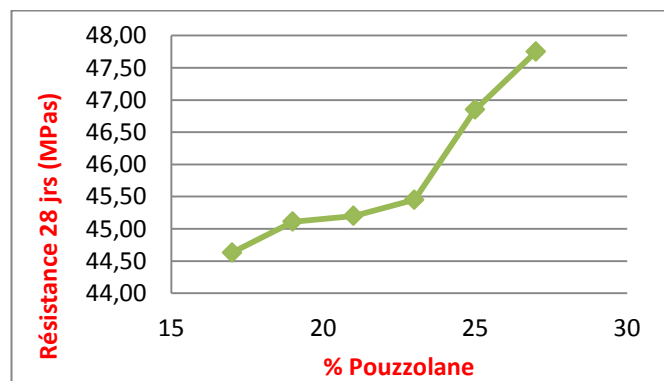


Figure 33 : Variation de résistance 28 jrs du ciment en fonction de % de Pouzzolane

Figure 34 : Variation de résistance 28 jrs du ciment en fonction de % de Calcaire

➔ On peut dire à partir de la courbe de variation de résistance 28 jrs du ciment en fonction de pourcentage de pouzzolane et de calcaire, que la pouzzolane augmente la résistance du ciment par contre le calcaire est le diminué.

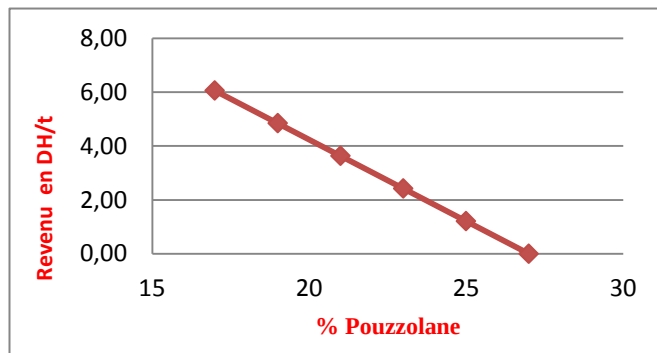


Figure 35: Variation de revenu DH/t en fonction de %Pzz

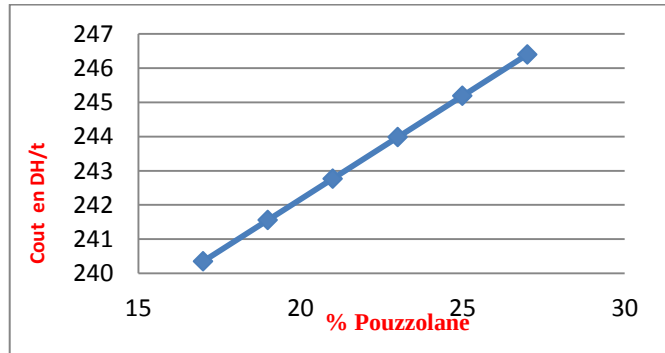


Figure 36 : variation de cout DH/t en fonction de % Pzz

- La courbe de variation de revenu supplémentaire en DH/t de la société en fonction de la teneur ajoutée de pouzzolane montre que, plus le pourcentage pouzzolane augmente dans le ciment plus le revenu supplémentaire de la société diminue.

- La courbe de variation de cout de production du ciment en DH/t en fonction de la teneur ajoutée de pouzzolane montre que, plus le pourcentage de pouzzolane augmente dans le ciment plus le cout de production du ciment augmente.

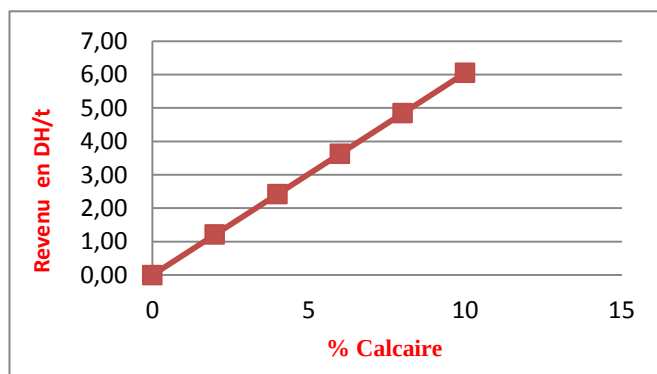


Figure 37 : Variation de revenu DH/t en fonction de %Cal

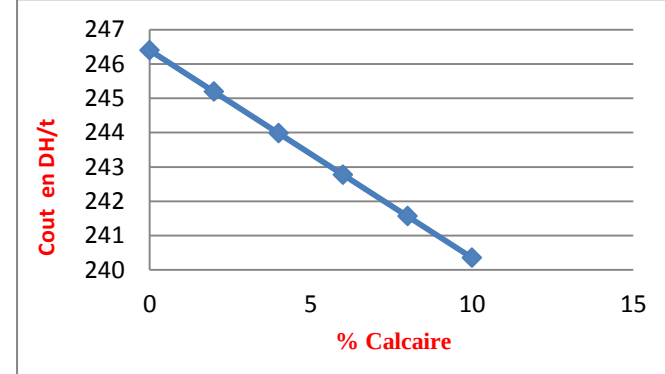


Figure 38 : variation de cout DH/t en fonction de % Cal

- La courbe de variation de revenu supplémentaire en DH/t de la société en fonction de la teneur ajoutée de calcaire montre que, plus en substituée la pouzzolane par du calcaire plus le revenu supplémentaire augmente.

- La courbe de variation de cout de production du ciment en DH/t en fonction de la teneur ajoutée de calcaire montre que, plus en substituée la pouzzolane par du calcaire plus le cout de production diminue.

10.2 Méthode par la méthodologie de plan de mélange :

10.2.1 Ciment CPJ45 :

10.2.1.1 Plan d'expérimentation :

Table 41 : Plan d'expérimentation

Essais	CPA	Pouzzolane	Calcaire	Résistance 2jrs	Résistance 7jrs	Résistance 28jrs
1	0,60	0,30	0,10	16,70	29,40	36,91
2	0,70	0,20	0,10	23,40	34,90	42,71
3	0,70	0,30	0,00	21,80	35,45	45,05
4	0,65	0,25	0,10	20,45	33,05	40,18
5	0,65	0,30	0,05	19,65	32,70	41,75
6	0,70	0,25	0,05	21,85	35,80	44,11
7	0,667	0,267	0,067	23,45	37,10	41,74
8	0,633	0,283	0,083	22,05	34,45	40,10
9	0,683	0,233	0,083	22,20	33,55	42,75
10	0,683	0,283	0,033	22,70	36,65	44,55

Table 42 : Les valeurs de clinker et de gypse à partir de CPA

Avec :

CPA	Clinker	Gypse
0,6	0,57	0,03
0,7	0,665	0,035
0,7	0,665	0,035
0,65	0,6175	0,0325
0,65	0,6175	0,0325
0,7	0,665	0,035
0,667	0,633	0,03333
0,633	0,602	0,03167
0,683	0,649	0,03417
0,683	0,649	0,03417

10.2.1.2 Calcule des coefficients : (test de validation du modèle) :

→ On se basant sur la réponse **Y3** : Résistance 28 jrs.

Validation de modèle :

Le test de validation d'un modèle mathématique par la méthode de plan d'expérience est basé sur trois conditions qui doit être vérifie :

- P.value < 5% (0.05)

- R2 > 0.8

- R2 ajust > 0.7

Avec R2 : Coefficient de détermination

a) Analyse de la variance (ANOVA) :

Table 43 : Analyse de la variance (Test d'ANOVA)

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	53.4578	6	8.9096	32.4278	0.00804
Résidus	0.8243	3	0.2748		
Total	54.2820	9			

D'après la table d'analyse de la variance on a que : **P.value = 0.804 % < 5 %**.

b) Coefficients (les paramètres du modèle) :

Table 44 : Coefficients de modèle mathématique

Nom	Coefficient
b1	52.832
b2	3.167
b3	-7.586
b1-2	34.569
b1-3	-20.812
b2-3	-726.343
b1-2-3	1214.561

Avec :

R2	0.985 > 0.8
R2ajust	0.954 > 0.7

Le modèle mathématique est le suivant :

$$Y3 = 52.832 * b1 + 3.167 * b2 - 7.586 * b3 + 34.569 * b1b2 - 20.812 * b1b3 - 726.343 * b2b3 + 1214.561 * b1b2b3$$

⇒ On a que **P .value% < 5%** et **R2 > 0.8** et **R2 ajust > 0.7** donc il y a une relation entre les facteurs (**X1 ; X2 ; X3**) et la réponse **Y3** (la résistance du ciment dépende de la composition du ciment CPJ45 en calcaire et pouzzolane et gypse et clinker) == le modèle est validé.

c) Le livrable :

A partir de ce modèle on peut conclure que :

- CPA (clinker + gypse) (b1) et la pouzzolane (b2) ont un **effet positif** sur la résistance 28 jrs (Y3) du ciment CPJ45, Donc plus le % de CPA et de pouzzolane augment plus la résistance du ciment CPJ45 augment.

- Le calcaire (b3) à un **effet négatif** sur la résistance 28 jrs (Y3), Donc plus le % de calcaire augment plus il y a une diminution de résistance 28 jrs du ciment CPJ45.

- L'interaction entre le clinker et la pouzzolane à un **effet positif** sur la résistance du ciment CPJ45.

- L'interaction de calcaire avec l'un de clinker ou pouzzolane à un **effet négatif** sur la résistance du ciment CPJ45.

- L'interaction entre le calcaire et le clinker et la pouzzolane à un **effet positif** sur la résistance du ciment CPJ45.

➔ Donc on peut substituer une quantité de clinker et de gypse et de pouzzolane par du calcaire (clinker + pouzzolane + calcaire) dans CPJ45.

10.2.1.3 Désirabilité :

a) Fonction de désirabilité selon le besoin de client :

Table 45 : Domaine d'acceptation des résistances du ciment CPJ45 (MPas)

Selon le besoin de client		
Résistance (MPas)	min	max
CPJ45	36	42

Graphique de la fonction de désirabilité :
Bilatérale avec tolérance

Paramètres	
cib.Gauch =	36
cib.Droite =	42
minimum =	36
maximum =	42

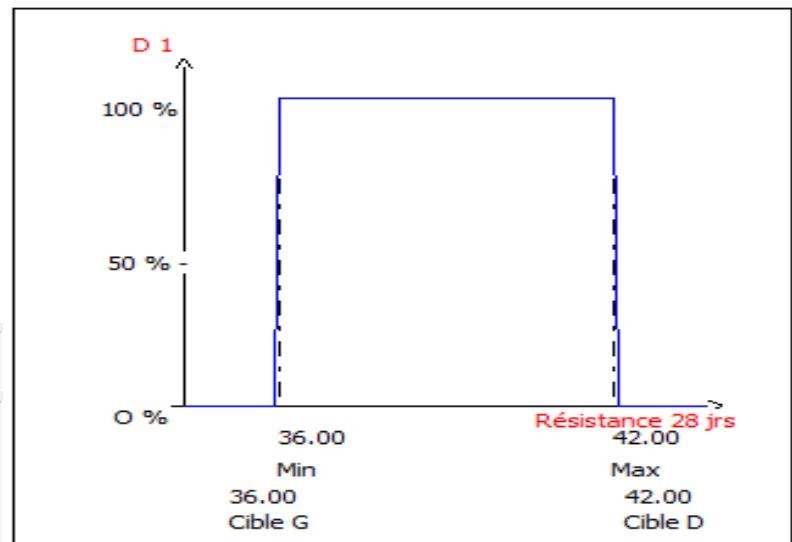


Figure 39 : Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y3) : Résistance 28 jrs du ciment CPJ45

b) Etude graphique :

Le graphe au-dessous (**plan : CPA, Pouzzolane, Calcaire**) détermine la zone blanche ou il y a des infinités des réponses (résistances 28 jrs) qui peuvent être acceptables pour le laboratoire d'analyse selon le **besoin de client** avec des minimums incertitudes.

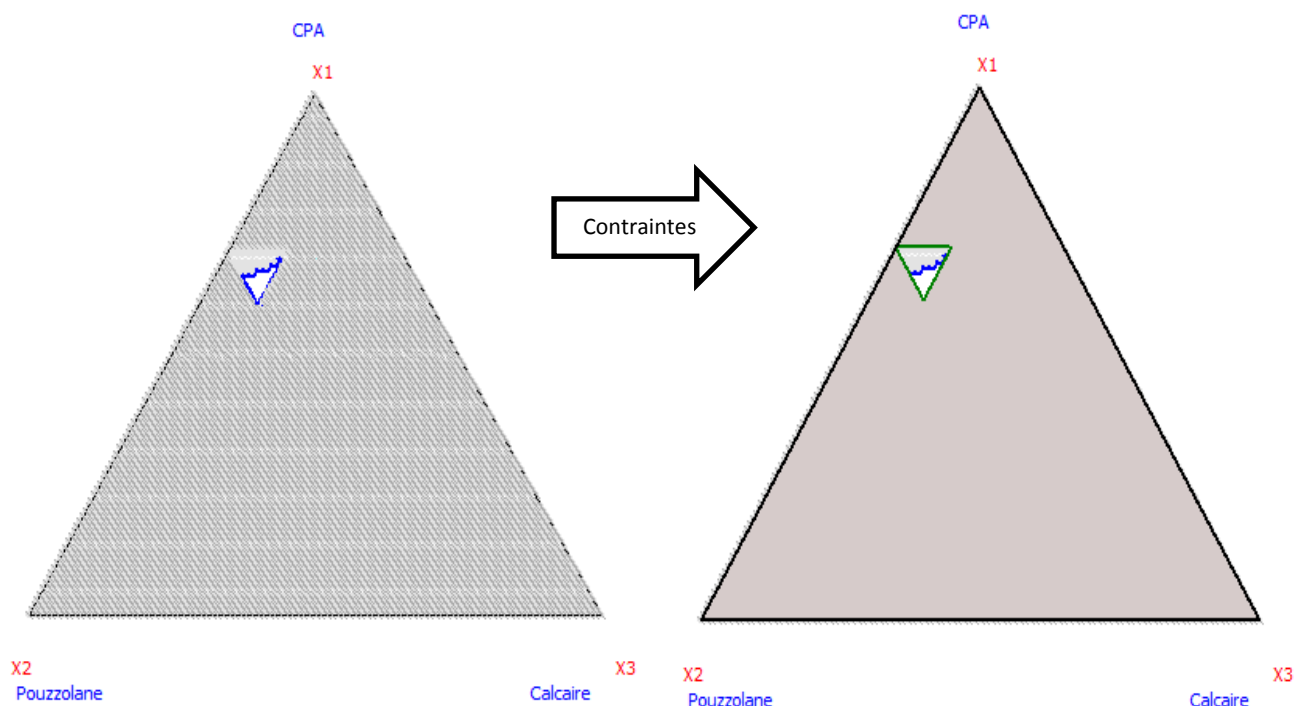


Figure 40 : Variation de la désirabilité dans le plan : CPA, Pouzzolane, Calcaire

c) Recherche d'optimum :

Dans la zone Blanche, on cherche une valeur optimum de résistance 28 jrs du ciment CPJ45 parmi plusieurs valeurs qui caractérise par : une résistance avec une faible incertitude et corresponde aux conditions de désirabilité.

Comme point optimum :

Point de départ			
Variable	Valeur	Composant	Valeur
X1	0.6666670	CPA	0.6667
X2	0.2666670	Pouzzolane	0.2667
X3	0.0666670	Calcaire	0.0667

Coordonnées de l'optimum			
Variable	Valeur	Composant	Valeur
X1	0.6552905	CPA	0.6553
X2	0.2508156	Pouzzolane	0.2508
X3	0.0938939	Calcaire	0.0939

Caractéristiques du maximum						
Réponse	Nom de la réponse	Valeur	di %	Poids	di min %	di max
Y1	Résistance 28 jrs	40.74	100.00	1	100.00	100.00
	DESIRABILITE		100.00		100.00	100.00

Donc pour obtenir un ciment de qualité **CPJ45** à une résistance de 28 jours environ de **40,74 MPas** avec un faible incertitude, il faut travailler par : **65,53 %** de **CPA** (**62,25 %** de **clinker** et **3,28 %** de **gypse**) et **25,08 %** de **pouzzolane** et **9,39 %** de **calcaire**.

10.2.1.4 Détermination le cout avec le revenu des essais du ciment CPJ45 à l'échelle industriel :

Table 46 : Variation de cout et le revenu des essais du ciment CPJ45 en fonction de pourcentage des constituants

Essais	Clinker	Gypse	Pouzzolane	Calcaire	Res 28jrs	Cout	revenu DH / t	revenu DH / jrs	revenu DH / année
1	57	3	30	10	36,91	211,10	15,77	3370,03	1230060,00
2	66,5	3,5	20	10	42,71	235,63	-8,76	-1870,93	-682890,00

3	66,5	3,5	30	0	45,05	241,68	-14,81	-3163,81	-1154790,00
4	61,75	3,25	25	10	40,18	223,36	3,51	749,55	273585,00
5	61,75	3,25	30	5	41,75	226,39	0,48	103,11	37635,00
6	66,5	3,5	25	5	44,11	238,65	-11,78	-2517,37	-918840,00
7	63,334	3,333	26,667	6,667	41,74	229,47	-2,60	-555,19	-202642,64
8	60,166	3,167	28,333	8,333	40,1	220,28	6,59	1407,84	513862,64
9	64,916	3,417	23,333	8,333	42,75	232,54	-5,67	-1212,64	-442612,37
10	64,916	3,417	28,333	3,333	44,55	235,57	-8,70	-1859,07	-678562,36
V.optim	62,25	3,28	25,08	9,39	40,75	225,02	5,60	1196,81	436835,1
Référence	63	5	27	5		226,87	0,00	0,00	0,00

Par rapport au référence, lorsque l'usine fabrique un ciment CPJ45 à partir **62,25% (-0,75%)** de clinker et **3,28% (-1,72%)** de gypse et **25,08% (-1,92%)** de pouzzolane et **9,39% (+4,39%)** de calcaire, va diminuer le cout de fabrication du ciment CPJ45 de **226.87 DH /t** ver **225,02 DH/t** avec un revenu de **5,6 DH/t** et environ de **43,6 million /année**.

10.2.2 Ciment CPJ55 :

10.2.2.1 Plan d'expérimentation :

Table 47 : Plan d'expérimentation

Essais	CPA	Pouzzolane	Calcaire	Résistance 2jrs	Résistance 7jrs	Résistance 28jrs
1	0,70	0,20	0,10	19,75	31,55	41,85
2	0,80	0,10	0,10	23,10	34,90	45,37
3	0,80	0,20	0,00	25,05	38,35	52,06
4	0,75	0,15	0,10	22,40	32,95	43,11
5	0,75	0,20	0,05	23,50	35,55	49,55
6	0,80	0,15	0,05	25,15	37,65	51,12
7	0,767	0,167	0,067	24,20	36,60	44,32
8	0,733	0,183	0,083	22,15	33,80	42,67
9	0,783	0,133	0,083	23,95	34,70	44,89
10	0,783	0,183	0,033	24,15	37,60	50,57

Avec :

Table 48 : Les valeurs de clinker et de gypse à partir de CPA

CPA	Clinker	Gypse
0,7	0,665	0,035
0,8	0,76	0,04
0,8	0,76	0,04
0,75	0,7125	0,0375
0,75	0,7125	0,0375

0,8	0,76	0,04
0,767	0,72834	0,03833
0,733	0,69666	0,03667
0,783	0,74416	0,03917
0,783	0,74416	0,03917

10.2.2.2 Calcule des coefficients : (test de validation du modèle) :

→ On se basant sur la réponse **Y3** : Résistance 28 jrs.

a) Analyse de la variance (ANOVA) :

Table 49 : Analyse de la variance (Test d'ANOVA)

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	133.0227	6	22.1705	44.8933	0.00499
Résidus	1.4815	3	0.4938		
Total	134.5043	9			

D'après la table d'analyse de la variance on a que : **P.value = 0.499 % < 5 %**.

b) Coefficients (les paramètres du modèle) :

Table 50 : Coefficients de modèle mathématique

Nom	Coefficient
b1	501.5
b2	7111.0
b3	14546.1
b1-2	-11069.0
b1-3	-20577.3
b2-3	-85529.3
b1-2-3	108174.4

Avec :

R2	0.989
R2ajust	0.967

Le modèle mathématique est le suivant :

$$Y3 = 501.5*b1 + 7111 *b2 + 14546.1 *b3 - 11069*b1b2 - 20577.3*b1b3 - 85529.3*b2b3 + 108174.4 *b1b2b3$$

⇒ On a que **P .value% < 5%** et **R2 > 0,8** et **R2 ajust > 0,7** donc il y a une relation entre les facteurs (**X1 ; X2 ; X3**) et la réponse **Y3** (la résistance du ciment CPJ55 dépende de la composition du ciment en calcaire et pouzzolane et gypse et clinker) == **le modèle est validé**.

c) Le livrable :

A partir de ce modèle on peut conclure que :

- CPA (clinker + gypse) (b1) et la pouzzolane (b2) ont un **effet positif** sur la résistance 28 jrs (Y3) du ciment CPJ55, Donc plus le % de CPA et de pouzzolane augment plus la résistance du ciment CPJ55 augment.
- Pour le ciment CPJ55 il y a un **effet positif** de calcaire sur la résistance 28 jrs lorsque on substitué une petit quantité de pouzzolane par du calcaire, Car l'augmentation de pourcentage de Clinker dans la qualité CPJ55 garde la résistance augment de ciment CPJ55.
- Les interactions de 2^{ème} degré entre le CPA et la pouzzolane et le calcaire à un **effet négatif** sur la résistance du ciment CPJ55.
- L'interaction de 3^{ème} degré entre CPA et la pouzzolane et le calcaire à un **effet positif** sur la résistance du ciment CPJ55.

➔ Donc on peut substitué une quantité de clinker et de gypse et de pouzzolane par du calcaire (clinker gypse + pouzzolane + calcaire) dans la qualité CPJ55.

10.2.2.3 Désirabilité :

a) Fonction de désirabilité selon le besoin de client :

Table 51 : Domaine d'acceptation des résistances du ciment CPJ55 (MPas)

besoin de client		
Résistance (MPas)	min	max
CPJ55	46	52

Graphe de la fonction de désirabilité : Bilatérale avec tolérance

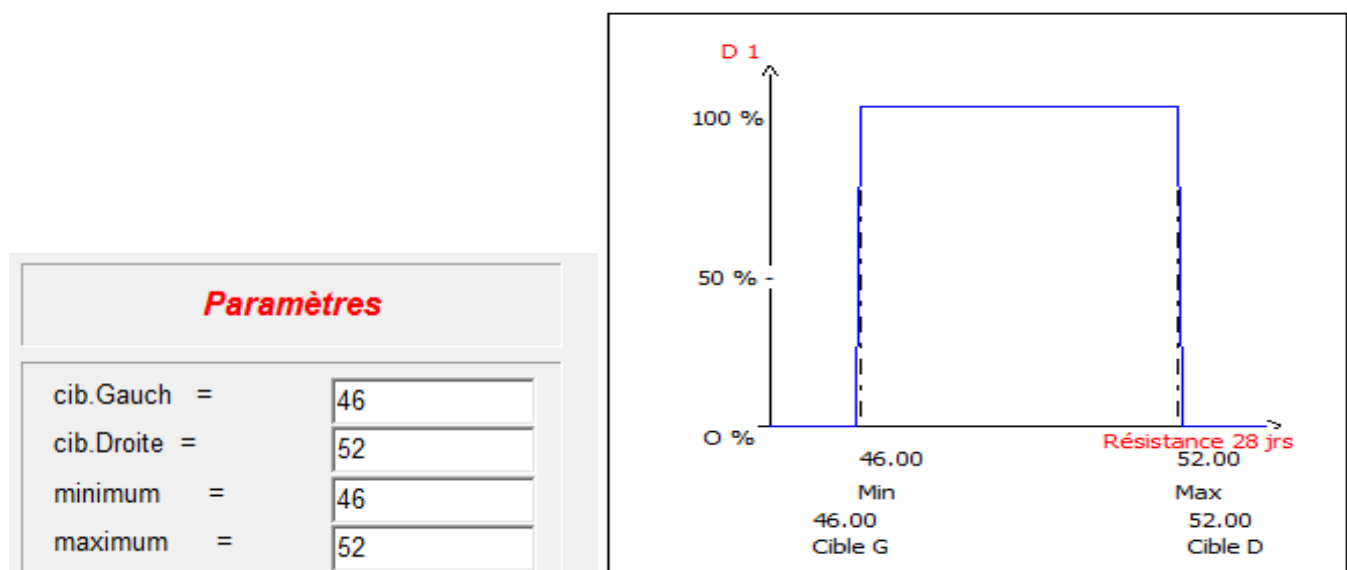


Figure 41 : Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y3) : Résistance 28 jrs du ciment CPJ55

b) Etude graphique :

Le graphe de variation de la désirabilité dans le plan : CPA, Pouzzolane, Calcaire détermine une petite partie de triangle ou il y a des infinités des valeurs optimales de la résistance 28jrs du ciment CPJ55 dans les conditions de désirabilité avec différente incertitudes.

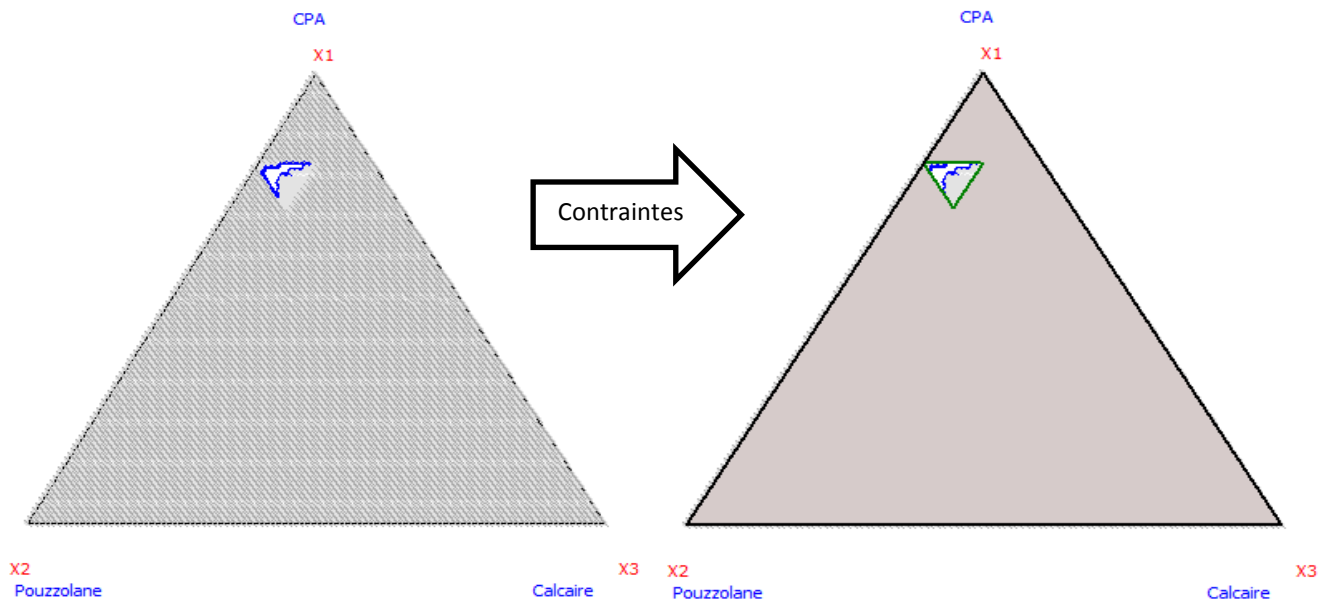


Figure 42 : Variation de la désirabilité dans le plan : CPA, Pouzzolane, Calcaire

c) Recherche d'optimum :

Dans la zone Blanche, on cherche une valeur optimum de résistance 28 jrs du ciment CPJ55 parmi plusieurs valeurs qui caractérise par : une résistance avec une faible incertitude et corresponde aux conditions de désirabilité.

Point de départ

Variable	Valeur	Composant	Valeur
X1	0.7666670	CPA	0.7667
X2	0.1666670	Pouzzolane	0.1667
X3	0.0666670	Calcaire	0.0667

Coordonnées de l'optimum

Variable	Valeur	Composant	Valeur
X1	0.7522105	CPA	0.730
X2	0.1886441	Pouzzolane	0.1980
X3	0.0591454	Calcaire	0.072

Caractéristiques du maximum

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	di %	Poid	di min %	di max
Y1	Résistance 28 jrs	46.44	100.00	1	0.00	100.00
	DESIRABILITE		100.00		0.00	100.00

Donc pour obtenir un ciment de qualité **CPJ55** avec une résistance de 28 jours environ de **46,44**, il faut travailler par : **73,0%** de **CPA** (**69,35%** de **clinker** et **3,65%** de **gypse**) et **19,80%** de **pouzzolane** et **7,2%** de **calcaire**.

10.2.2.4 Détermination le cout avec le revenu des essais du ciment CPJ55 à l'échelle industriel :

Table 52 : Variation de cout et le revenu des essais du ciment CPJ55 en fonction de pourcentage des constituants

Essais	Clinker	Gypse	Pouzzolane	Calcaire	Res 28jrs	Cout /t	revenu DH	revenu DH / jrs	revenu DH / année
1	66,5	3,5	20	10	41,85	235,63	10,18	10690,72	3902112,50
2	76	4	10	10	45,37	260,15	-14,35	-15077,33	-5503225,00
3	76	4	20	0	52,06	266,20	-20,40	-21433,97	-7823400,00
4	71,25	3,75	15	10	43,11	247,89	-2,09	-2193,30	-800556,25
5	71,25	3,75	20	5	49,55	250,91	-5,11	-5371,63	-1960643,75
6	76	4	15	5	51,12	263,18	-17,38	-18255,65	-6663312,50
7	72,834	3,833	16,667	6,667	44,32	253,99	-8,19	-8608,24	-3142008,79
8	69,666	3,667	18,333	8,333	42,67	244,81	0,99	1043,31	380808,79
9	74,416	3,917	13,333	8,333	44,89	257,07	-11,27	-11840,71	-4321859,96
10	74,416	3,917	18,333	3,333	50,57	260,09	-14,29	-15019,03	-5481947,46
V.optim	69,35	3,65	19,80	7,2	46,44	244,68	1,72	1810,86	660962,25
Reference	68	5	27	0		246,40	0,00	0,00	0,00

Par rapport au référence, lorsque l'usine fabrique un ciment CPJ55 à partir **69,35%** (+1,35%) de clinker et **3,65%** (-1,35%) de gypse et **19,80%** (-7,2%) de pouzzolane et **7,2%** (+7,2%) de calcaire, va diminuer le cout de fabrication du ciment CPJ55 de **246,40 DH /t** ver **244,68 DH/t** avec un revenu de **1,72 DH/t** et environ de **66,1 million /année**.

Résumé : Table 53 : Les nouveaux essais de fabrication du ciment CPJ45/55 par la méthode de plan de mélange

Méthode par méthodologie de plan de mélange								
Ciment	Clinker	Gypse	Pouzzolane	Calcaire	Rés 28 jrs	cout DH/t	Revenu DH/t	Revenu DH/ année
CPJ45	62,25	3,28	25,08	9,39	40,75	225,02	5,6	436835,1
CPJ55	69,35	3,65	19,80	7,2	46,44	244,68	1,72	660962,25

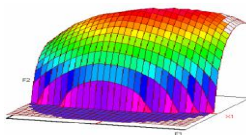
Approche bibliographique du sujet

- www.lafargeholcim.ma

- www.holcime.ma

- Document Profil Cimenterie d'Oujda.

- Norme Marocaine homologuée. NM 10.1.004



Master Sciences et Techniques CAC.Ageq

Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion de la qualité

Mémoire de fin d'études pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom : Ibrahim Zerhari

Année Universitaire : 2020/2021

Titre : Optimisation la qualité et le cout du ciment CPJ45/55 en terme de résistance par la méthode directe et la méthodologie de plan de mélange

Résumé

D'après les expériences qui nous avons fait, on a vérifié que la **pouzzolane** à un effet positif sur la résistance du ciment, elle augmente la résistance à long terme, par contre le **calcaire** à un effet négatif sur la résistance du ciment, il le diminuée progressivement. .

D'après les résultats des deux méthodes (directe /méthodologie par le plan de mélange), on a constaté que lorsque en substitué une quantité de pouzzolane par du calcaire la résistance diminue directement, mais il y a des essais ou il y a des résistances qui sont acceptables par le laboratoire et compatible avec les conditions et les besoins des clients et la NM 10.1.004.

Par la méthode directe et par rapport au référence : pour le ciment CPJ45, si en substitué **10%** de pouzzolane par du calcaire on va gagner **6.05 DH/t** avec un revenu pour l'année environ de **47 Million / année**, et pour le ciment CPJ55, si en substitué **2%** de pouzzolane par du calcaire on va gagner **1.21 DH/t** et environ de **46.4 Million / année**.

Par la méthodologie de plan d'expérience et par rapport au référence : pour le ciment CPJ45, lorsque en substitué une partie de clinker et de gypse et pouzzolane par du calcaire (+ 4.39 %), le cout de fabrication va diminuer de **226.87 DH /t** à **225.02 DH/t** avec un revenu **de 5.6 DH/t** et environ de **43.6 million /année**, et pour le ciment CPJ55 lorsque en substitué une partie de gypse et de pouzzolane respectivement par de clinker et le calcaire le cout de fabrication du ciment va diminuer de **246.40 DH /t** à **244.68 DH/t** avec un revenu de **1.72 DH/t** et environ de **66.1 million /année**.

Donc on peut dire finalement que si en substitué quelques quantités des matières cher par des autres matières qui sont disponibles et peu couteux, on va réduire le cout de fabrication des produits et augmenter le revenu de la société.

