

Année Universitaire : 2020-2021

**Master Sciences et Techniques GMP
Génie des Matériaux et des Procédés**

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

**Optimisation du pourcentage de gypse dans le
ciment CPJ45**

Présenté par :

BEN BOUBKER Amal

Encadré par :

Pr. CHAOUQI Mohammed

Soutenu Le 16 Juillet 2021 devant le jury composé de :

- **Pr. CHAOUQI Mohammed**
- **Pr. KHALIL Fouad**
- **Pr. CHTIOUI Hicham**

Stage effectué à : LafargeHolcim

Remerciements

Je tiens à remercier, dans un premier temps, toute l'équipe pédagogique de la FST et les intervenants professionnels responsables de la formation Master Génie des matériaux et des procédés, pour m'avoir prodigué une formation fondamentale de très bonne qualité.

Mes humbles et chaleureux remerciements s'adressent au Pr. **CHAOUQI Mohammed**, mon encadrant à la faculté des sciences et techniques, pour son aide, sa grande disponibilité, ses encouragements, ses remarques judicieuses, qu'il m'a apporté tout au long de la réalisation de ce rapport.

Que les membres de jury, Professeur **CHTIOUI Hicham** et Professeur **KHALIL Fouad**, trouvent ici l'expression de ma profonde estime et ma gratitude pour avoir accepté de juger ce travail.

Je tiens à remercier également M. **LAGMAH Mouhssin** responsable du laboratoire de contrôle qualité de LafargeHolcim de m'avoir accueilli dans leurs bureaux et de m'avoir fait travailler dans la bonne humeur, ainsi que pour m'avoir facilité la collecte des informations et des documents qui m'ont servi dans mon rapport de stage.

Je remercie particulièrement M. **OUZZANI Toufik Aziz** pour ses orientations et ses efforts dans l'usine, et pour m'avoir aidée à élaborer mon projet de fin d'études. Je tiens à exprimer ma gratitude à tous ceux qui ont consacré leur temps et leur énergie afin de me faciliter le déroulement de ce stage.

Je n'oublie pas de remercier tout le personnel de LafargeHolcim du service laboratoire contrôle de qualité pour le soutien, le respect et l'accueil qu'ils m'ont accordés.

Enfin je remercie très chaleureusement ma famille et mes amis, qui ont su me supporter, m'épauler, me remonter le moral, avec une patience infinie, pendant ces années d'études.

Liste des abréviations

CPJ : Ciment portland composé.

C₃S : Alite ou bien Silicate Tricalcique.

C₂S : Bélite ou bien silicate bicalcique.

C₃A : aluminat tricalcique.

C₄AF : aluminoferrite tétracalcique.

CaO : La chaux vive.

SSB : Surface spécifique Blaine.

RC : Résistance à la compression.

PAF : perte au feu

DP : début de prise

MPa : Méga Pascale

NM : Norme Marocain

C-S-H : Silicate de calcium hydraté

F: Fe₂O₃

C: CaO

A: Al₂O₃

S: SiO₂

Liste des figures

Figure 1 : Organigramme de LafargeHolcim	5
Figure 2: Diagramme du procédé de fabrication du ciment	8
Figure 3:Carrière	9
Figure 4:Curvodic de LafargeHolcim Meknès	10
Figure 5:Coupe transversale d'un tas de pré homogénéisation	10
Figure 6:Hall de pré-homogénéisation	11
Figure 7:Broyeur verticale	11
Figure 8:Cyclone de préchauffage	12
Figure 9 : Four rotatif	13
Figure 10:Broyeur à boulets.....	14
Figure 11:Pastille.....	19
Figure 12:Presse pastille.....	19
Figure 13:Malaxeur à mortier	21
Figure 14:Chambre de conservation	21
Figure 15:Machine à flexion.....	22
Figure 16:machine à compression	23
Figure 17 : dégagement de chaleur en fonction du Temps d'hydratation.....	25
Figure 19:Diagramme d'évolution de %SO ₃ au cours d'essai.....	31
Figure 18:Diagramme d'évolution de %SO ₃ au cours d'essais Temps (min)	31
Figure 20 : Variation des Temps de prises en fonction du pourcentage de SO ₃	39
Figure 21:Effet de %SO ₃ sur les résistances à la compression de 1jour	39
Figure 22 : Effet de %SO ₃ sur les résistances à la compression de 2 jours	40
Figure 23 : Évolution des résistances à la compression en fonction de%SO ₃ pour 7 jours	40
Figure 24 : Évolution des résistances à la compression en fonction de%SO ₃ pour 28jours	40
Figure 25:Intersection de coût du ciment et les résistances de 28jours en fonction du %SO ₃	42

Liste des tableaux

Tableau 1:résumé sur l'hypothèse microstructure du gypsage optimum	28
Tableau 2:caractéristiques chimiques du clinker	29
Tableau 3: caractéristiques chimiques du calcaire.....	30
Tableau 4:caractéristiques chimiques du gypse	30
Tableau 5:protocole d'essai pour le gypsage optimum	31
Tableau 6: Production régulière (recette connu).....	32
Tableau 7: Essai avec de %SO ₃ minimum (recette ajustée)	32
Tableau 8:Essai avec de %SO ₃ maximum (recette ajustée).....	33
Tableau 9: Résultats des analyses chimiques pour les 8 échantillons	37
Tableau 10:Résultats des essais mécaniques et physiques	38
Tableau 11: Coût du ciment en fonction de % SO ₃	42
Tableau 12: Recette finale calculée pour les constituants du ciment CPJ45.....	43

SOMMAIRE

Introduction.....	1
Chapitre I : Généralités sur l'Entreprise d'accueil et Fabrication du ciment.....	3
1 Présentation de l'entreprise	4
1.1 Présentation de LafargeHolcim Maroc	4
1.2 Présentation de LafargeHolcim Meknès	4
1.3 Histoire de l'entreprise	4
1.4 Organigramme.....	5
2 Généralités sur le ciment.....	6
2.1 Définition.....	6
2.2 Différents types du ciment produit par LafargeHolcim	6
3 Procédé de fabrication du ciment à LafargeHolcim	7
3.1 Principe de fabrication du ciment	7
3.2 Diagramme du procédé de fabrication du ciment	8
3.2.1 Extraction de la matière première	8
3.2.2 Pré-homogénéisation.....	10
3.2.3 Broyage « cru »	11
3.2.4 Homogénéisation.....	12
3.2.5 Ligne de cuisson « Voie sèche »	12
3.2.6 Refroidissement.....	14
3.2.7 Broyage	14
3.2.8 Stockage et expédition	15
Chapitre II : Laboratoire et Contrôle qualité	16
1 Analyses chimiques.....	17
1.1 Calcimètre.....	17
1.2 Taux d'humidité	17
1.3 Perte au feu	18
1.4 Dosage des chlorures	18
1.5 Analyse par la spectrométrie de fluorescence des Rayons X.....	18
2 Essais physiques et mécaniques	19
2.1 Détermination de la finesse	19
2.2 Gâchage	20
2.3 Malaxage	20
2.4 Moulage.....	21
2.5 Résistance à la flexion	22
2.6 Résistance à la compression	22
2.7 Mesure du Temps de début de prise et de fin de prise	23
Chapitre III : Le gypsage optimum	24
1 Étude théorique	25
1.1 Mécanisme d'hydratation du ciment	25

1.2	Rôle de l'ajout du gypse sur l'hydratation du ciment.....	26
1.3	État de connaissance sur le gypsage optimum.....	27
1.4	Facteurs influençant les résistances des ciments	28
2	Étude Expérimentale.....	29
2.1	Composition du ciment CPJ 45	29
2.2	Protocole d'essais pour le gypsage optimum.....	30
2.2.1	Principe	30
2.2.2	Préparatifs :	33
2.2.3	Mode opératoire :	33
2.2.4	Conditions de la réussite de l'essai :.....	34
2.3	Essais sur les échantillons prélevés	34
2.3.1	Analyse chimique par fluorescence X.....	34
2.3.2	Perte au feu (PAF).....	35
2.3.3	Mesure de la surface spécifique Blaine SSB des ciments	35
2.3.4	Résistances à la compression	36
2.4	Résultats et interprétations.....	36
2.4.1	Analyses chimiques.....	36
2.4.2	Propriétés physiques et mécaniques	38
	Conclusion générale.....	44

Introduction

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

Le principal constituant du ciment est le clinker qui est obtenu par cuisson, au moins jusqu'à fusion partielle, d'un mélange fixé avec précision de matières premières (farine crue) contenant CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 et de petites quantités d'autres matières. La farine crue doit être finement divisée, intimement mélangée et être de la sorte homogène.

Le ciment CPJ45 est un ciment composé conforme à la norme NM 10.1.004, il doit contenir un pourcentage minimum du clinker de 70 %. Ses hautes performances mécaniques particulièrement les résistances à la compression, lui permettent d'être utilisé pour les bétons armés courants et les bétons destinés aux travaux en grandes masses.

Les ajouts cimentaires font actuellement partie des développements les plus récents dans la production du ciment, car leurs utilisations ont résolu une grande partie de la baisse du coût énergétique, en faisant varier les pourcentages d'ajouts dans le but d'améliorer les propriétés physico-mécaniques pour les différents types de ciments

Dans la présente étude, nous nous sommes intéressés à déterminer le pourcentage optimum du gypse pour permettre d'atteindre les meilleures résistances mécaniques aux échéances souhaitées du ciment CPJ45.

Notre rapport est articulé en trois principaux chapitres. Le premier chapitre est consacré, dans un premier temps, à la présentation de la société LafargeHolcim, ensuite, à des généralités sur le ciment et la méthode de sa fabrication. Le deuxième chapitre concerne les différentes méthodes des analyses chimiques et physiques et des essais mécaniques réalisés au sein du laboratoire de LafargeHolcim Meknès. Le dernier chapitre présente les caractéristiques (propriétés physique et chimique) des matériaux étudiés et des techniques expérimentales utilisées (description des modes opératoires employés) dans la confection des différents types

de pâte et mortier à base du ciment (CPJ45), en variant le pourcentage du gypse, et nous présentons finalement les résultats des analyses chimiques, physiques et mécaniques.

Chapitre I : Généralités sur l'Entreprise d'accueil et Fabrication du ciment

1 Présentation de l'entreprise

1.1 Présentation de LafargeHolcim Maroc

Depuis 1928, Lafarge Holcim Maroc participe à la modernisation du secteur de la construction et à l'essor économique du pays. Son ambition, en tant que leader des matériaux de construction (ciment, béton, plâtre, granulats et chaux), est d'être le partenaire de référence du développement national, ainsi que du rayonnement du Maroc à l'échelle régionale. Pour cela, Lafarge Holcim Maroc s'appuie sur des équipes expertes et engagées tout en investissant dans l'innovation et l'excellence industrielle

1.2 Présentation de LafargeHolcim Meknès

Située au nord-est de la ville de Meknès, Lafarge Holcim ciments de Meknès qui avait comme nom : CADEM (Ciment artificiel de Meknès), assure la bonne continuité et le leadership du groupe LafargeHolcim Maroc. Grâce à son potentiel et à son dynamisme, il réalise des ventes représentant environ 30% des ventes de Lafarge Holcim Maroc et 11.78 % du marché en 2018.

1.3 Histoire de l'entreprise

- **1950** : création de la société des ciments Meknès.
- **1953** : la production de clinker du seul four Installé était de 300 tonnes par jour, soit moins de 100 000 tonnes par an.
- **1997** : la CADEM est devenue LAFARGE CEMENTS et faisait partie du groupe International LAFARGE.
- **1985** : Conversion de son procédé de fabrication de la voie humide à la voie sèche.
- **1989** : Installation d'un nouveau broyeur à ciment BK4.
- **1990** : Optimisation du four 1 (production de 1800 t/j).
- **1993** : Adjonction d'un deuxième four avec un nominal de production de 1200 t/j.
- **2001** : Montage d'un nouveau filtre à manches en amont du four 1 pour préserver l'environnement.
- **2002** : Installation d'un nouveau broyeur ciment portant la capacité de l'usine à 1.750.000t.
- **2016** : date de réalisation de la fusion LAFARGE-HOLCIM.

1.4 Organigramme

En partant de l'extraction des matières premières jusqu'à l'obtention du ciment, le processus de fabrication nécessitant l'existence de plusieurs services s'occupant chacun d'une ou plusieurs tâches :

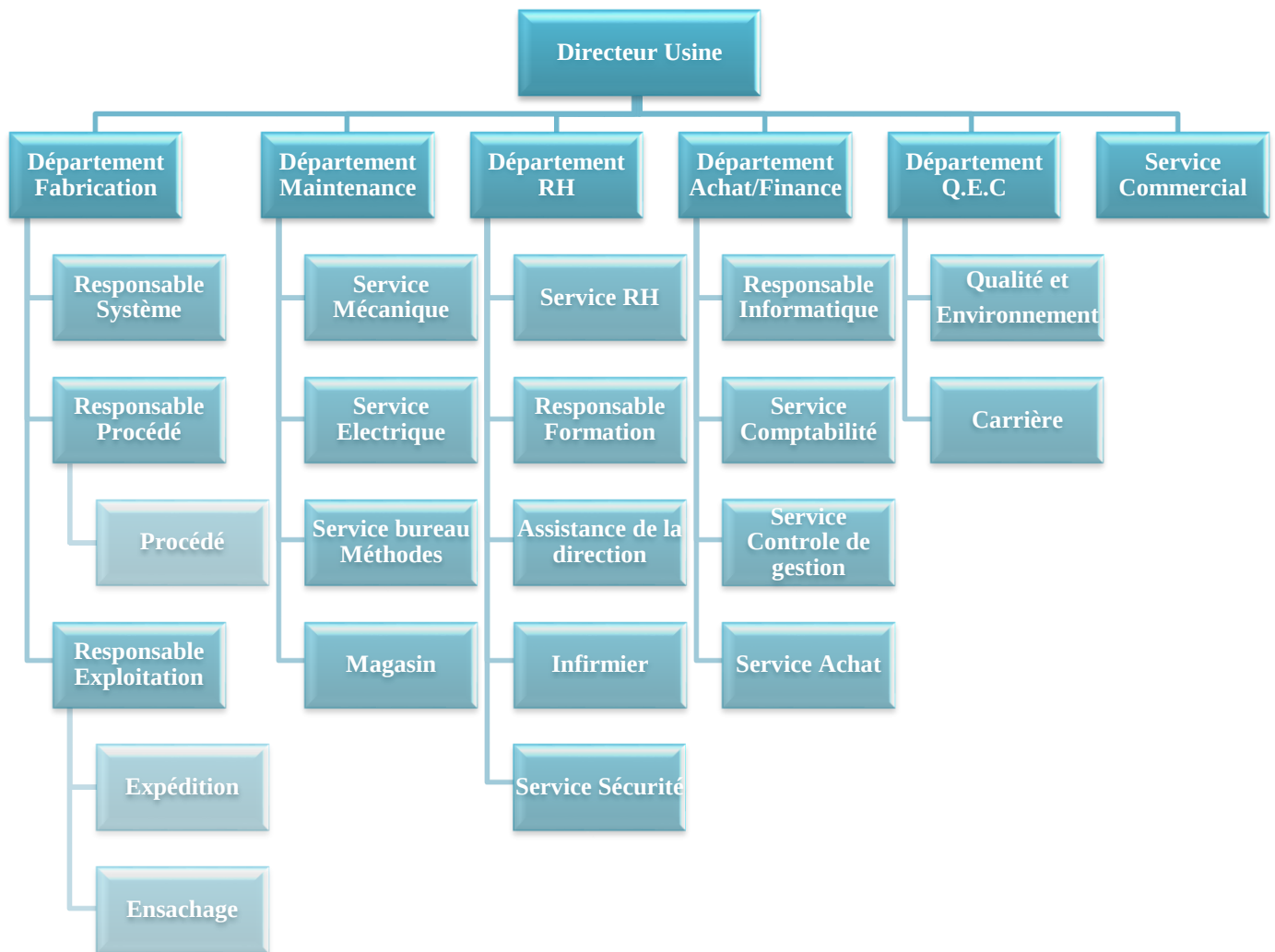


Figure 1 : Organigramme de LafargeHolcim

2 Généralités sur le ciment

2.1 Définition

Le ciment usuel est aussi appelé liant hydraulique, car il a la propriété de s'hydrater et de durcir en présence d'eau formant une pâte liante, qui a une consistance de départ plus ou moins fluide, en un solide pratiquement insoluble dans l'eau. Ce durcissement est dû aux composés minéraux, notamment des silicates et des aluminates de calcium.

L'expression de « pâte de ciment durcissant » sera utilisée pour désigner la pâte de ciment dans la transformation d'un état plus ou moins fluide en un état solide. Les principaux composants du ciment sont :

- **Le clinker** : produit par la cuisson du mélange : calcaire + gypse + ajouts. Il est constitué principalement d'oxydes métalliques, les quatre composants essentiels sont :

- ◇ La silice (SiO_2) : 17 à 25%
- ◇ L'alumine (Al_2O_3) : 3 à 6 %
- ◇ La chaux (CaO) : 54 à 65 %
- ◇ L'oxyde de Fer (Fe_2O_3) : 2 à 5 %

Suivant leur type, les ciments courants peuvent contenir les autres constituants suivants :

- **Les cendres volantes** : produit obtenu par la combustion des houilles et lignites dans les centrales thermiques.

- **Les pouzzolanes** : produit d'origine volcanique.

- **Les ajouts chimiques de fabrication** : sulfate de calcium (gypse), ...

2.2 Différents types du ciment produit par LafargeHolcim

Pour répondre aux besoins spécifiques des clients, l'usine de Meknès met à leur disposition une large gamme de ciments gris : **CPJ 35**, **CPJ 45** et **CPJ 55**.

➤ **CPJ 35**

Le CPJ 35 est un ciment avec ajouts, il doit contenir un pourcentage minimum en clinker de 65%, le reste étant constitué d'ajouts (calcaire d'addition, gypse, pouzzolanes), sa résistance à la compression à 28 jours (R_{c28}) doit être supérieure à 22.5 MPa. Le CPJ 35 développe des performances adaptées pour une utilisation dans la confection des bétons faiblement sollicités, béton non armé et tous les types de mortiers.

➤ **CPJ 45**

Le CPJ 45 est un ciment avec ajouts, il doit contenir un pourcentage minimum en clinker de 70%, le reste étant constitué d'ajouts (calcaire d'addition, gypse, pouzzolanes), la Rc28 du CPJ 45 doit être supérieure à 32.5 MPa. Le CPJ 45 développe des performances qui lui permettent d'être utilisé pour les bétons armés courants et les bétons destinés aux travaux en grandes masses.

➤ **CPJ 55 :**

Le CPJ 55 est un ciment avec ajouts, composé principalement du clinker et du calcaire, il doit contenir un pourcentage minimum en clinker de 83%. Sa Rc28 doit être supérieure à 48 MPa. Les niveaux de qualité garantie par la norme lui confèrent une bonne aptitude pour la confection des bétons armés destinés aux ouvrages bâtiment et travaux publics

3 Procédé de fabrication du ciment à LafargeHolcim

3.1 Principe de fabrication du ciment

Quatre voies de la fabrication du ciment sont utilisés :[1]

3.1.1 Voix humide

La matière première, après son concassage, est délayée dans l'eau puis broyée en humide. La pâte obtenue est soigneusement dosée et homogénéisée pour alimenter le four après.

3.1.2 Voix semi-humide

La pâte obtenue, de la même manière que dans le procédé de la voix humide, est débarrassée d'une grande partie de son eau par filtration avant son introduction dans le four.

3.1.3 Voix semi-sèche

La matière première, après son concassage, est broyée à sec, homogénéisée puis granulée par ajout d'eau à l'entrée du four.

3.1.4 Voix sèche

Après son concassage, la matière première est broyée à sec et homogénéisée, puis acheminée directement à l'entrée du four sous forme de farine. Ce procédé est le moins onéreux par sa faible consommation calorifique.

Le procédé de fabrication du ciment utilisé à l'usine de Meknès est la voie sèche.

3.2 Diagramme du procédé de fabrication du ciment

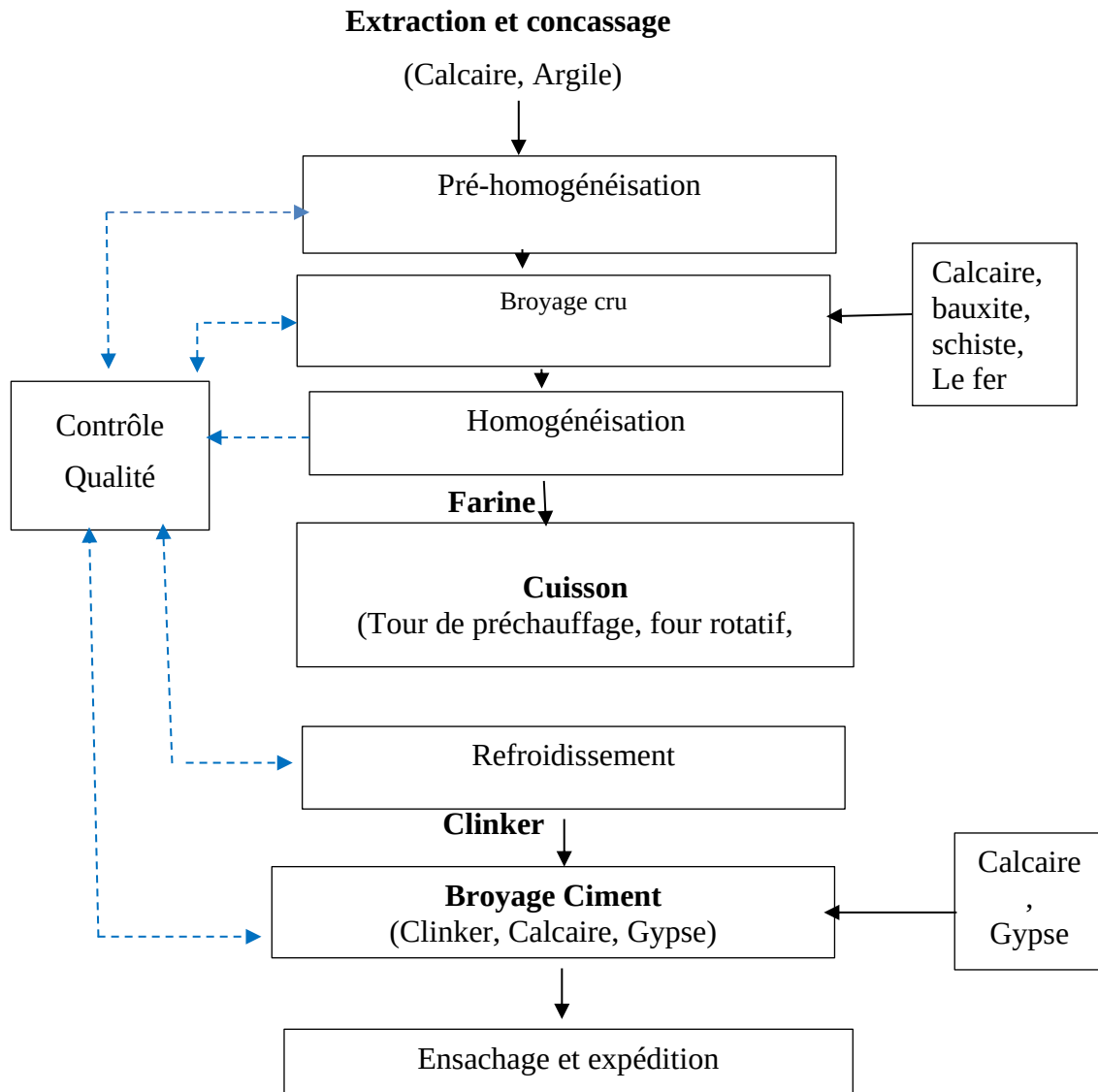


Figure 2: Diagramme du procédé de fabrication du ciment

3.2.1 Extraction des matières premières

Dans l'industrie du ciment, le choix de site des usines n'est pas dû au hasard mais veille à éviter les contraintes économiques. La carrière en cimenterie constitue la source en matières premières, lesquelles subiront des transformations pour fabriquer le produit ciment [1]



Figure 3:Carrière

Les matières premières (calcaire et argile) sont extraites des carrières à 5 Km de l'usine sur des fronts de 8 à 15m par abattage et tirs de mines. Les blocs obtenus qui peuvent atteindre 1m³ de volume sont réduits en fragments de faible dimension (25mm à 40mm). la matière sortant du concasseur est acheminée vers un hall de stockage par un convoyeur à bande. Cette étape assure également un certain mélange des matières premières arrivant de la carrière.

3.2.1.1 Carrière CADEM

Cette carrière est équipée d'un concasseur à marteau FCB, assurant un débit de 500t/h. Actuellement, ce concasseur est utilisé pour le concassage du calcaire d'addition, du gypse et peut alimenter les deux Pré homos.

3.2.1.2 Carrière ZONE 4

Elle est située à 6km de l'usine, d'une superficie de 100ha. Son exploitation a débuté 1978, les réserves actuelles du calcaire sont estimées à 9 000 000 tonnes, ou la matière première représente une réserve de 20 ans au rythme actuelle de production. L'exploitation de la carrière zone 4 se fait par abattage à l'explosif. La carrière équipée d'un concasseur HAZEMAG, à deux rotors (les deux rotors permettent de réduire la dimension des blocs de minerai)

3.2.1.3 Curvoduc

On a besoin d'acheminer la matière vers les deux pré-homogénéiseur pour les stocker. Donc l'acheminement de la matière à partir de la carrière jusqu'à l'usine est assuré par un transporteur de longueur 6KM. Ce convoyeur à bande et le plus long convoyeur dans l'Afrique

et avec un seul moteur à bagues de 5500V et de démarrage par élimination des résistances rotorique.



Figure 4: Curvoduc de LafargeHolcim Meknès

3.2.2 Pré-homogénéisation

Chimiquement, les matières issues des carrières sont souvent variables et il s'avère nécessaire de les mélanger pour éviter les variations brusques qui ont un impact néfaste sur la cuisson. C'est en fait le rôle de la pré homogénéisation : un tas de confectionne en superposant les calcaires et les argiles afin d'obtenir une répartition quasi-uniforme.

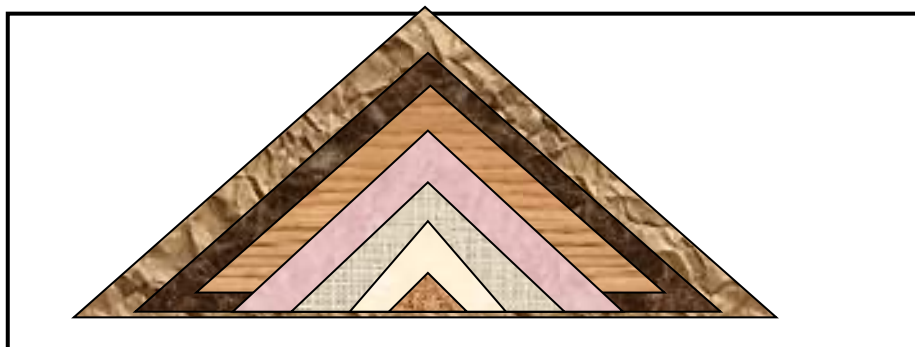


Figure 5: Coupe transversale d'un tas de pré homogénéisation

Un stock de pré homogénéisation est en général constitué de 2 tas (un en construction et l'autre en consommation) de matière concassée de granulométrie $D_{80}=30$ mm, Le tonnage des tas peut varier de 10 000 à 100 000 tonnes chacun



Figure 6: Hall de pré-homogénéisation

3.2.3 Broyage « cru »

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

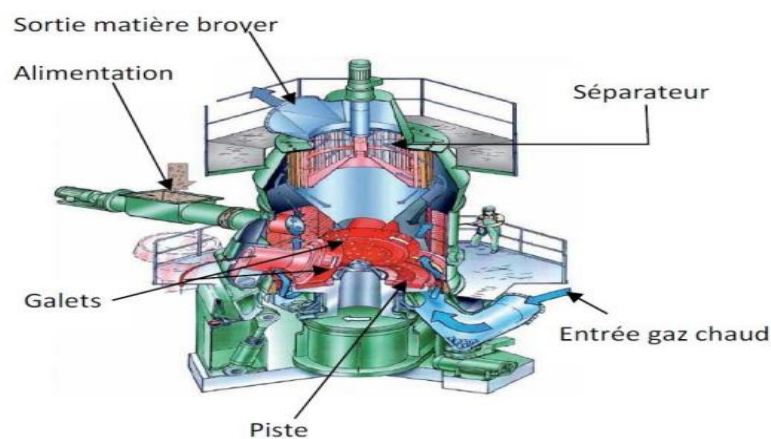


Figure 7: Broyeur verticale

3.2.4 Homogénéisation

Deux tours d'homogénéisation assurent le mélange et le stockage de la farine après broyage et avant cuisson. La farine est acheminée au silo d'homogénéisation par des aéroglisteurs. Le silo de la ligne 1 a une capacité de 7500 tonnes, alors que celle de la ligne 2 a une capacité de 5000 tonnes. Ces deux silos assurent à la fois le stockage et l'homogénéisation de la farine. L'extraction de la farine se fait de trois points, et cela d'une manière cyclique.

3.2.5 Ligne de cuisson

L'opération commence par l'évaporation de l'eau, que le mélange cru contient, à 100°C et se poursuit par la décarbonatation (entre 650 et 900°C).

Le préchauffage se fait dans une série de cyclones, disposés verticalement sur cinq étages appelé « préchauffeur ». La matière froide, introduite dans la partie supérieure, se réchauffe au contact des gaz. D'étage en étage elle arrive partiellement décarbonatée jusqu'à l'étage inférieur, à une température comprise entre 800°C et 1000°C.

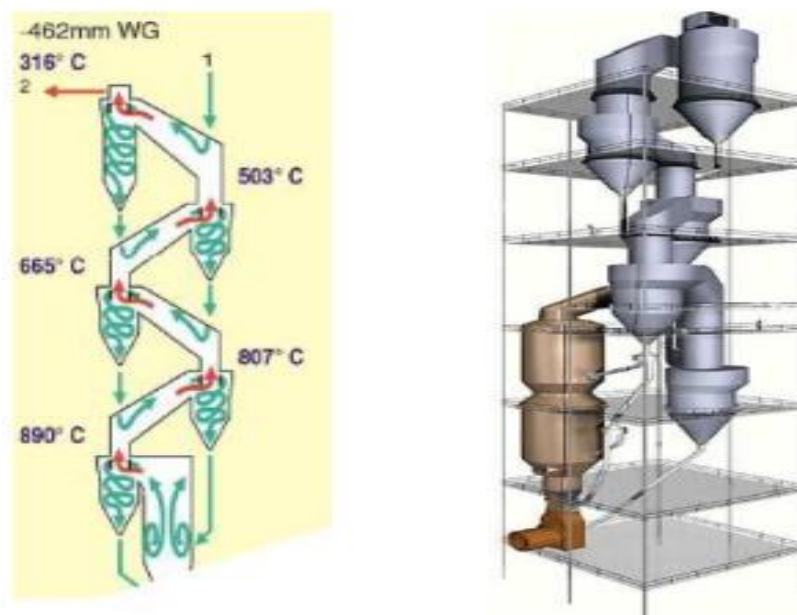
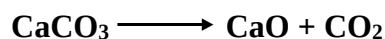


Figure 8: Cyclone de préchauffage

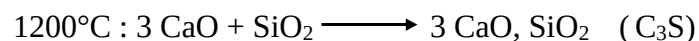
A la sortie de la tour, la matière pénètre à l'amont du four où s'effectue l'étape la plus importante de sa transformation et progresse jusqu'à la zone de clinkérisation (1200°C à 1450°C). Le four est caractérisé par une grande enceinte cylindrique rotative en acier (avec

revêtement intérieur réfractaire) légèrement incliné et tournant de 1 à 3 tours/minute. Le temps de parcours est de l'ordre d'une heure. Sous l'effet de la chaleur, les constituants de l'argile, principalement composée de silice, d'alumine et d'oxydes de fer, se combinent à la chaux provenant du calcaire pour donner des silicates et des aluminates de calcium.

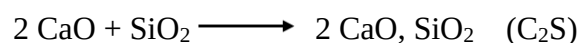


Figure 9 : Four rotatif

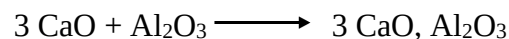
- Le silicate tricalcique : ce composant donne de très bonnes résistances à court et à long terme, ainsi qu'une bonne aptitude au broyage.



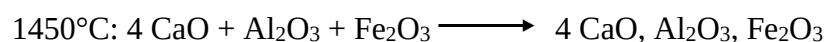
- Le silicate bi-calcique : résistance initiale moins élevée que C_3S , mais devient bonne à long terme, il est moins bon en termes d'aptitude au broyage que C_3S .



- L'aluminate tricalcique : donne de très bonnes résistances initiales qui montent peu par la suite.



- L'alumino-ferrite tétra-calcique : donne des résistances faibles. Le fer est responsable de la teinte grise du ciment.



En théorie, cette réaction s'arrête lorsqu'il n'y a plus de chaux disponible. Mais en réalité il reste toujours de la chaux non combinée (chaux libre), L'usine de Meknès dispose de deux fours qui marchent en continu.

3.2.6 Refroidissement

Il est situé à l'aval du four, c'est un refroidisseur à grilles horizontales qui ramènent le clinker à une température de 80°C. Ce choc thermique donne naissance à des granules de diamètres variant entre 1 et 10mm. Le refroidissement est assuré par des ventilateurs. L'air produit par ces ventilateurs est insufflé sous les grilles par des chambres de soufflage. Le refroidisseur a 3 rôles :

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

3.2.7 Broyage

Après le refroidissement, les granules de clinker sont ensuite broyés avec addition du gypse (3 à 5%). Cette addition a pour but de régulariser la prise des ciments, notamment de ceux qui contiennent des proportions importantes d'aluminate tricalcique. Le broyage est produit par le choc qui résulte de la chute des boulets sur le produit broyé et par frottement entre la matière et les boulets

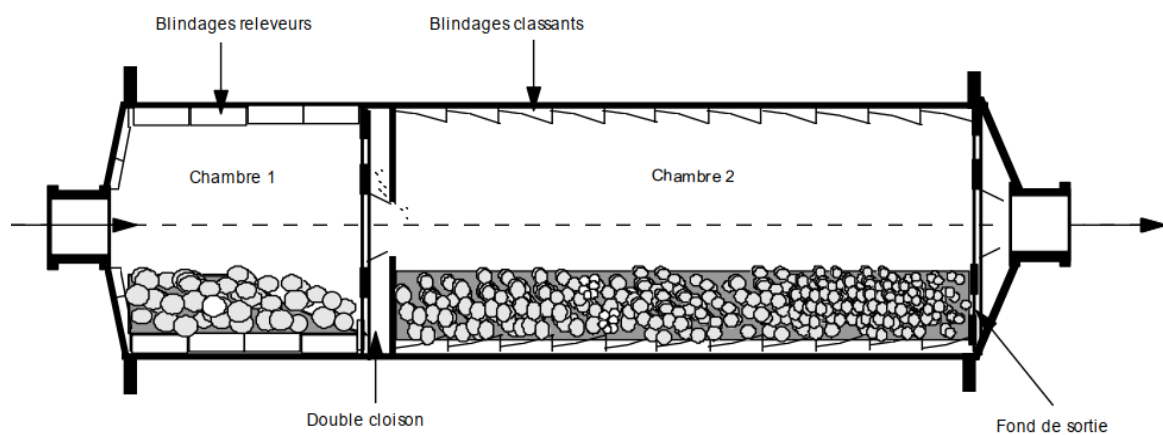


Figure 10: Broyeur à boulets

3.2.8 Stockage et expédition

Après sa fabrication, le ciment est acheminé par voies pneumatiques vers des silos de stockage dont la capacité est de plusieurs milliers de tonnes. Il est expédié après vers les lieux de consommation sous 2 formes :

- **En sacs** : qui contiennent généralement 25 ou 50kg de ciment sur lesquels est marquée classe de résistance du ciment.
- **En vrac** : La livraison du ciment en vrac se fait sur des citernes. Le ciment est injecté avec l'air dans la citerne jusqu'à ce que le tonnage soit atteint.

Chapitre II : *Laboratoire et Contrôle qualité*

LafargeHolcim de Meknès est dotée d'un laboratoire équipé de tous les équipements nécessaires à la réalisation des contrôles depuis la réception des matières premières jusqu'à l'expédition du produit fini et ce conformément aux normes en vigueur et aux besoins de la clientèle. Ce laboratoire est divisé en plusieurs départements, agencés de telle sorte à assurer une bonne réception, identification, et conservation des échantillons ainsi la réalisation de tous les essais.[3]

1 Analyses chimiques

1.1 Calcimètre

C'est un appareil utilisé pour la détermination du pourcentage du calcaire dans le ciment. Il permet de mesurer le volume de CO₂ dégagé par action de l'acide chlorhydrique (HCl) sur le carbonate de calcium (CaCO₃) de l'échantillon à analyser afin de déterminer le pourcentage du calcaire contenu dans le ciment.[4]

1.1.1 Principe

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



En effet la quantité de CO₂ dégagé est emprisonnée dans le tube du calcimètre et chaque volume a un pourcentage indiquant la quantité du calcaire dans le ciment.

1.2 Taux d'humidité

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

1.2.1 Mode opératoire

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

1.2.2 Résultat :

Le calcul %humidité est donné par la relation suivante :

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

1.3 Perte au feu

Cette analyse consiste à déterminer la perte en poids de la matière (quantité de gaz CO₂ dégagée).

1.3.1 Mode opératoire

Pesé dans un creuse tare (T.C) une masse (Mi) de 1±0,05g de l'échantillon. Puis on porte l'ensemble au four dont la température est de 900 °C pendant 30 min, on pèse l'ensemble (creuse + matière) après refroidissement à l'air libre et on note la masse finale Mf.

1.3.2 Résultat :

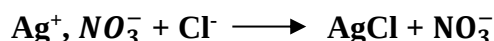
Le calcul de la PAF est donné par la relation suivante :

$$\% \text{perte au feu} = \frac{(T.C + M_i) - M_f}{M_i} * 100$$

1.4 Dosage des chlorures

1.4.1 Principe

Détermination de la teneur en chlorure (Cl⁻) par un titreur. Le titrage se fait par une électrode d'argent et une solution de nitrate d'argent (Ag⁺, NO₃⁻) servant à la précipitation des chlorures sous forme de chlorure d'argent selon la réaction suivante :



Ce titre est programmé pour mesurer des teneurs en ions Cl⁻ de l'ordre de 100 à 1000 ppm.[4]

1.4.2 Mode opératoire

On pèse une masse d'environ 0,2 g de la farine chaude et environ 2g pour l'alimentation four, on ajoute un peu d'eau distillée ,10ml d'HNO₃ 50% et après on ajuste avec de l'eau distillée jusqu'à 2/3 du volume du bécher. Ensuite, on le place dans l'appareil titreur. Le résultat est affiché automatiquement en ppm

1.5 Analyse par la spectrométrie de fluorescence des Rayons X

1.5.1 Principe

Pour passer au spectromètre on doit préparer une pastille à analyser. Cette préparation consiste à broyer la matière pour l'amener à une granulométrie des différents grains et

obtenir une pastille prête pour l'analyse. Ils permettent l'analyse simultanée des éléments suivants : SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , SO_3 , K_2O et Na_2O C'est l'analyse qu'on a effectuée pour détecter le pourcentage de SO_3 .

1.5.2 Préparation de la pastille

On pèse 15g de la matière + 2 comprimés Broyage. Après le broyage, on prend 10 g de la matière (ciment), on la met dans la presse (au-dessous), qui est sous une pression de 200KN pendant 40 secondes donne la pastille.

2 Essais physiques et mécaniques

2.1 Détermination de la finesse

2.1.1 Méthode par tamisage



2.1.1.1 Principe

Figure 12: Presse pastille

La finesse du ciment est mesurée par tamisage sur des tamis normalisés. Ainsi est déterminé le pourcentage du ciment dont les dimensions des grains sont supérieures aux dimensions de la maille spécifiée.

2.1.1.2 Mode opératoire

Agiter l'échantillon de ciment à essayer en le secouant pendant 2 min dans un récipient bouché, pour disperser les grumeaux.

Attendre 2 min. Remuer doucement la poudre résultante en utilisant une baguette sèche et propre de façon à distribuer les fines dans tout le ciment.



Figure 11: Pastille

Placer le réceptacle sous le tamis. Peser approximativement $m_1 = 25\text{g}$ de ciment à 0.01g près et les placer dans le tamis en prenant soin d'éviter toute perte. Disperser les grumeaux de ciment.

Fixer le couvercle sur le tamis. Agiter le tamis par des mouvements tournoyants, planétaires et linéaires jusqu'à ce que plus aucun matériau fin ne passe à travers le fond du tamis. Enlever et peser m_2 le résidu.

2.1.1.3 Résultat

On calcule le taux de refus par la relation suivant :

$$\text{Taux de refus (\%)} = \frac{m_2}{m_1} * 100$$

2.1.2 Méthodes par perméabilité à l'air (méthode Blaine)

2.1.2.1 Principe

La finesse du ciment est mesurée sous forme de surface massique en observant le temps mis par une quantité fixée d'air pour traverser un lit de ciment compacté à des dimensions et une porosité spécifiées

2.2 Gâchage

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

2.3 Malaxage

Pour malaxer le ciment, il faut mettre 225g d'eau distillée et 450g de ciment conditionné à 20°C dans le récipient du malaxeur pour ensuite mettre l'appareil en route et le faire tourner à vitesse lente pendant 90s. Une addition automatique de 1350g de sable est faite pendant les 30 dernières secondes.

À la fin, il faut démonter le batteur de son axe et vider le récipient du mortier pour procéder immédiatement au moulage.

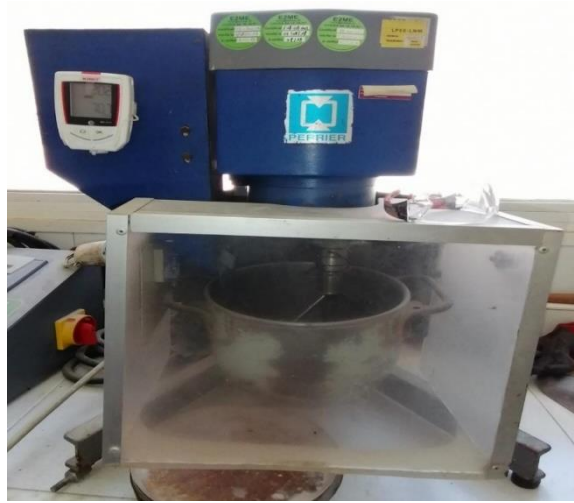


Figure 13: Malaxeur à mortier

2.4 Moulage

La première étape du moulage est de diviser le portier en 6 parties afin de l'introduire dans les trois cases du moule. On introduit la première couche dans chaque compartiment du moule. On les étale à l'aide d'une grande spatule tenue verticalement. Ensuite, on serre la première couche de mortier par 60 chocs et on introduit la seconde couche de mortier qui sera nivelée avec la petite spatule et serrée à nouveau par 60 chocs.



Figure 14: Chambre de conservation

Les éprouvettes sont testées à différents âges : 1 jour, 2 jours, 7 jours et 28 jours. Chaque échantillon nécessite 9 éprouvettes vu que les essais mécaniques sont de type destructif.

À l'âge requis, chaque éprouvette est retirée de son milieu de conservation humide (**figure14**), elle est brisée en deux moitiés par flexion et chaque moitié est soumise à l'essai de compression.

2.5 Résistance à la flexion

Cet essai consiste à placer le prisme dans un dispositif de flexion avec une face latérale de moulage sur les rouleaux d'appui et son axe longitudinal perpendiculaire à ceux-ci. On applique ensuite la charge verticalement par le rouleau de chargement sur la face latérale opposée du prisme et l'augmente lentement à raison de $50 \text{ N/s} \pm 10 \text{ N/s}$, jusqu'à rupture. Il s'agit en fait de mesurer la résistance de l'éprouvette sur un seul point. L'appareil à flexion affiche directement la valeur de la résistance en MPa.[4]



Figure 15:Machine à flexion

2.6 Résistance à la compression

Cet essai se ramène à la mesure de la résistance des demi-prismes à une compression sur sa face latérale de moulage ($8 \times 4 \text{ cm}^2$). Pour ce faire, on centre chaque demi prisme latéralement par rapport aux plateaux de la machine. On augmente ensuite la charge sans à-coups à la vitesse de $2\,400 \text{ N/s} + 200 \text{ N/s}$ durant toute la durée d'application de la charge jusqu'à la rupture.

Quand l'accroissement de charge est réglé manuellement, on compense la décroissance de la vitesse de la charge à l'approche de la rupture et on calcule la résistance à la compression. Le laboratoire utilise une machine à compression qui affiche directement la valeur de la résistance en MPa.



Figure 16: machine à compression

2.7 Mesure du Temps de début de prise et de fin de prise

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

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

La norme 10.1.005 exige que le temps DP soit supérieur ou égale à 90min [4]

Chapitre III : Le gypsage optimum

1 Étude théorique

En chimie du ciment, on entend par hydratation toute forme d'action de l'eau intervenant dans le mécanisme de prise et de durcissement du ciment. La poudre du ciment n'est pas une matière liante, ce n'est que par ses produits d'hydratation que cette substance le devient.

L'hydratation du ciment regroupe l'ensemble des réactions chimiques complexes qui se produisent entre le ciment et l'eau dès leur mise en contact. Toutes ces réactions conduisent à la formation de silicates ou d'aluminates calciques hydratés qui font prise et qui donnent les propriétés mécaniques aux pâtes du ciment, des mortiers et des bétons. Ces caractéristiques dépendent essentiellement de la nature des composants et de leurs quantités respectives.

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

1.1 Mécanisme d'hydratation du ciment

Lorsque le ciment entre en contact avec l'eau, une réaction exothermique instantanée se produit avec un fort dégagement de chaleur, cette période de "pré-induction" est de courte durée. Elle est suivie d'une période de relative inactivité appelée "période dormante" au cours de laquelle le dégagement de chaleur est faible, mais jamais nul ; la durée de cette période varie entre 2 et 8 heures.[5]

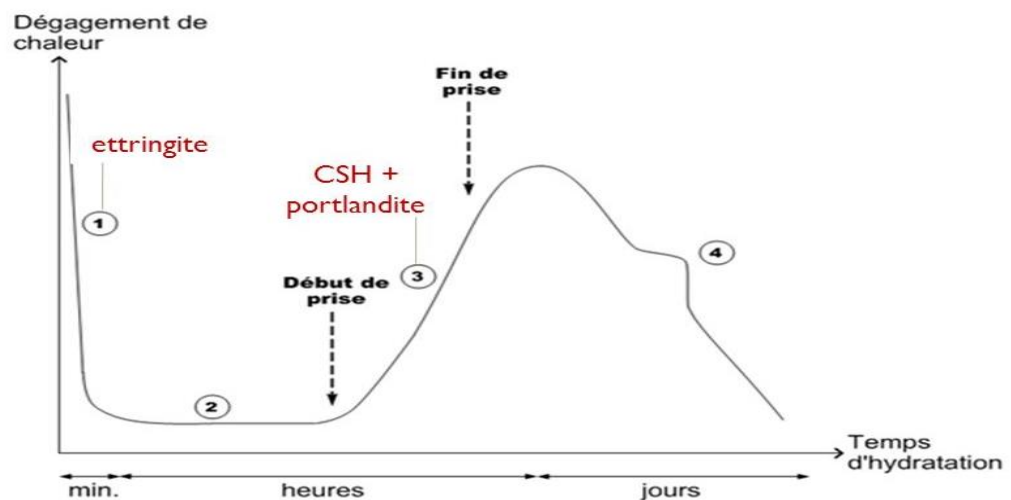


Figure 17 : dégagement de chaleur en fonction du Temps d'hydratation

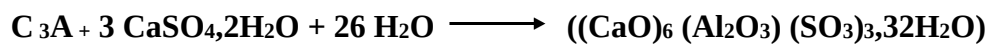
La période dormante est très importante quant à l'ouvrabilité (maniabilité) des bétons et mortiers, car à la fin de cette période s'amorce la prise du ciment. Une forte libération de chaleur (2e pic) suit la fin de la période dormante et correspond à la "période d'accélération" associée au début de prise et de durcissement du ciment. Certains ciments montrent un (3e pic) après 20 heures d'hydratation. La plupart des chercheurs sont d'accord sur la période de pré-induction, mais les échanges réactionnels qui s'effectuent pendant la période dormante, de même que la cause de la fin de cette période est toujours sujet à controverses.

1.2 Rôle de l'ajout du gypse sur l'hydratation du ciment

Le ciment majoritairement composé des phases silicates (silicate tricalcique C₃S et bicalcique C₂S) et de phases aluminates (aluminate tricalcique C₃A et aluminoferrite tétracalcique C₄AF), qui forment le clinker, L'aluminate tricalcique est le composé le plus réactif avec l'eau. C'est parce que l'usine ajoute du gypse au clinker pour contrôler ces réactions. Ce gypse réagit avec les aluminates pour former des hydrates de sulfoaluminate de calcium : le trisulfoaluminate de calcium, aussi connu sous le nom d'ettringite et le monosulfoaluminate de calcium.

2.1.1 Formation d'ettringite

Les aluminates réagissent avec le sulfate du gypse pour former de l'ettringite (trisulfoaluminate de calcium hydraté) :



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

2.1.3 Transformation de l'ettringite en monosulfate de calcium hydraté

Lorsque le gypse est épuisé, la concentration en sulfates de la solution baisse. L'ettringite devient alors instable et se dissout pour former du monosulfate de calcium hydraté C-S-H. Les réactions chimiques s'intensifient.



2.1.4 Hydratation des aluminates résiduels

Au bout de quelques semaines, en général, l'ettringite se transforme totalement en monosulfo-aluminate. Au-delà d'un mois, les réactions se poursuivent lentement avec l'aluminate (C_3A) et l'aluminoferrite (C_4AF) pour former de l'aluminoferrite de calcium hydraté. Même si les séquences réactionnelles sont proches du C_3A , l'aluminoferrite tétracalcique (C_4AF) est nettement plus lent à réagir et n'apparaît de manière significative qu'une fois que le gypse est totalement épuisé.[5]

Alors le choix de l'optimum de sulfate est un compromis pour de bonnes propriétés mécaniques de 1 à 28 jours.

1.3 État de connaissance sur le gypsage optimum

Le gypsage optimum est généralement réalisé pour chaque ciment, il correspond à une échéance donnée à la variation des résistances en compression avec le taux de sulfate qui passe par un maximum, ce maximum de résistance se décale vers les plus hautes teneurs en SO_3 avec le temps d'hydratation ; le choix de l'optimum de sulfatage est un compromis pour de bonnes propriétés mécaniques à 1 et à 28 jours. Diverses études ont été réalisées pour tenter de déterminer les origines de l'optimum de sulfatage. Deux hypothèses ressortent l'optimum de sulfatage à un effet cinétique et à un effet microstructural [10] :

- Dans le cas où la quantité de sulfates introduite dans le système est supérieure à la quantité optimale, on dit que le système est sur sulfaté, le système ne bénéficiant pas de la thermo-activation due à la simultanéité des phénomènes décrits plus haut, se retrouverait avec un avancement plus faible et par conséquent une quantité hydratée précipitée moindre et des résistances plus faibles.

- Dans le cas où la quantité de sulfates introduite dans le système est inférieure à la quantité optimale, on dit que de calcium intervient avant le pic d'accélération de l'hydratation de l'alite, la pâte se raidit et n'est plus malléable, l'ajout de sulfate de calcium permet de rendre la pâte malléable.

L'hypothèse microstructure quant à elle suppose que l'optimum de sulfate à une échéance donnée coïncide avec la teneur en sulfate nécessaire pour former la quantité ettringite correspondant exactement à l'espace poreux laissé par les C-S-H une quantité inférieure laisserait une plus grande porosité donc une résistance mécanique moindre, une plus grande quantité provoquerait une fissuration due à la croissance de ettringite dans un espace confiné.[10]

Le tableau (1) résume ces phénomènes à une échéance donnée, pour la même quantité de C-S-H formé :

Tableau 1:résumé sur l'hypothèse microstructure du gypsage optimum

$SO_3 < \text{optimum}$	$SO_3 = \text{Optimum}$	$SO_3 > \text{optimum}$
Vettringite < Vporeux C-S-H	Vettringite = Vporeux C-S-H Formé à une échéance	Vettringite > Vporeux C-S-H Formé à une échéance
Espaces vides diminuent les résistances mécaniques	Les résistances mécaniques sont maximales	Les microfissures altèrent les résistances

1.4 Facteurs influençant les résistances des ciments

Afin de mener une étude efficace, il y a quatre causes principales qui influencent le plus sur la résistance du ciment

4.1.1 Cuisson de la matière

Il consiste à placer le cru dans un système de cuisson afin de produire le clinker, quand le processus de cuisson n'est pas maîtrisé il inhibe la formation de l'alite (C_3S) phase responsable de développement des résistances à la compression du ciment.

4.1.2 Humidité

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

1.4.3 Finesse

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

4.1.3 Gypse

Le gypse joue le rôle d'un régulateur de prise qui retarde la formation d'aluminate de calcium hydraté en donnant d'abord du trisulfoaluminate de calcium hydraté (ettringite). Cette ettringite, dite primaire, ne provoque pas de gonflement car elle cristallise avant le durcissement du béton,

dans les espaces libres du matériau. Ces cristaux d'ettringite ont même un caractère bénéfique, puisqu'ils contribuent à la cohésion de la pâte de ciment au jeune âge leur formation diminue sa porosité et contribue à l'augmentation de sa résistance mécanique.

2 Étude Expérimentale

Cette partie décrit la campagne expérimentale effectuée à l'occasion de ce travail. L'investigation sur l'optimum de pourcentage de SO_3 a concerné à la fois, les propriétés chimiques, physiques et mécaniques du ciment type CPJ45.

Nous avons effectué une série d'essais chimiques, physiques et mécaniques sur les échantillons prélevés. Ces essais ont été effectués dans le laboratoire de contrôle qualité de Lafarge Holcim Meknès dans les conditions normalisées 10.1.004[8].

2.1 Composition du ciment CPJ 45

Afin de fabriquer un ciment composé CPJ45, les principaux composants : clinker, calcaire et gypse, fournis par la cimenterie de Lafarge Holcim de Meknès, ont été ramenés au laboratoire, caractérisés, broyés et homogénéisés. Les caractéristiques chimiques par la fluorescence X de ces matériaux sont les suivantes :

2.1.1 Clinker

La composition chimique analysée par la fluorescence X du clinker, obtenue par la cuisson d'un mélange composé de 80% de calcaire et 20% d'argile, est regroupée dans le tableau suivant :

Tableau 2:caractéristiques chimiques du clinker

Éléments (%) massiques	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	K_2O	Na_2O	P_2O_5	PAF
Clinker	20.5	4.89	4.15	65.30	1.32	1.52	0.69	0.15	0.14	0.15

2.1.2 Calcaire

La composition chimique en pourcentage massique du calcaire, utilisée dans le cadre de cette étude comme ajout au clinker, est regroupée dans le tableau suivant :

Tableau 3: caractéristiques chimiques du calcaire

Élément (%) massique	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Paf
Calcaire	48.97	5.97	2.15	1.45	0.33	0.12	0.21	0,01	39.7518

Ces additions ne participent pas à la création de résistances mécaniques du ciment durci, il présente une teneur en carbonate de calcium (CaCO₃) supérieure à 75%.

2.1.3 Gypse

Les sulfates de calcium sont incorporés au ciment principalement sous forme de gypse, ils doivent être ajoutés en faibles quantités aux constituants du ciment en vue de réguler la prise lors de son hydratation, sa composition chimique présentée dans le tableau suivant :

Tableau 4:caractéristiques chimiques du gypse

Éléments (%) massique	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	PAF
Gypse	3.37	0.82	0.32	32.19	4.20	39.17	0.15	0	26.86

2.2 Protocole d'essais pour le gypsage optimum

2.2.1 Principe

[6] L'essai d'optimisation du gypse à échelle industrielle est effectué pendant 2-3 heures. Les étapes principales sont illustrées ci-dessous :

- **Étape 1** : Stabilisez la production normale sur le %SO₃ et la finesse cible. (2 échantillons consécutifs auront le même %SO₃ et finesse).
- **Étape 2** : Augmentez le dosage du gypse pour atteindre le maximum de SO₃ au cours d'une courte période.
- **Étape 3** : Diminuez le dosage du gypse du maximum au minimum du SO₃. L'échantillonnage devra se faire sur une courte période et à haute fréquence (chaque 5min).
- **Étape 4** : Rétablir les conditions normales pour la production.

Tableau 5:protocole d'essai pour le gypsage optimum

La durée de l'étape (min)	Étape 1 Avant l'essai	Étape 2 0 – 60	Étape 3 60 - 120	Étape 4 120 - 150	>150
Réglages du doseur de gypse	Ajusté au SO ₃ cible	Max	Min	Ajusté à la cible	
Échantillonnage	Routine	10 min	5 min	10 min	Routine

L'essai consiste à faire des prélèvements, en continu sur un intervalle de 5 min, du ciment en variant le pourcentage du gypse du maximum au minimum. Sur tous les échantillons prélevés, on va réaliser des analyses chimiques et des essais mécaniques afin de tracer une courbe de l'évolution de la résistance et le temps de prise en fonction de la variation du SO₃ (l'élément majeur du gypse). Ces courbes vont nous permettre de déterminer le pourcentage optimal du gypse pour les deux paramètres. Le gypse utilisé est caractérisé par un pourcentage de SO₃ supérieur à 38%. [6]

Ce diagramme montre l'évolution de % de SO₃ au cours de l'essai en fonction du temps et le pourcentage du gypse

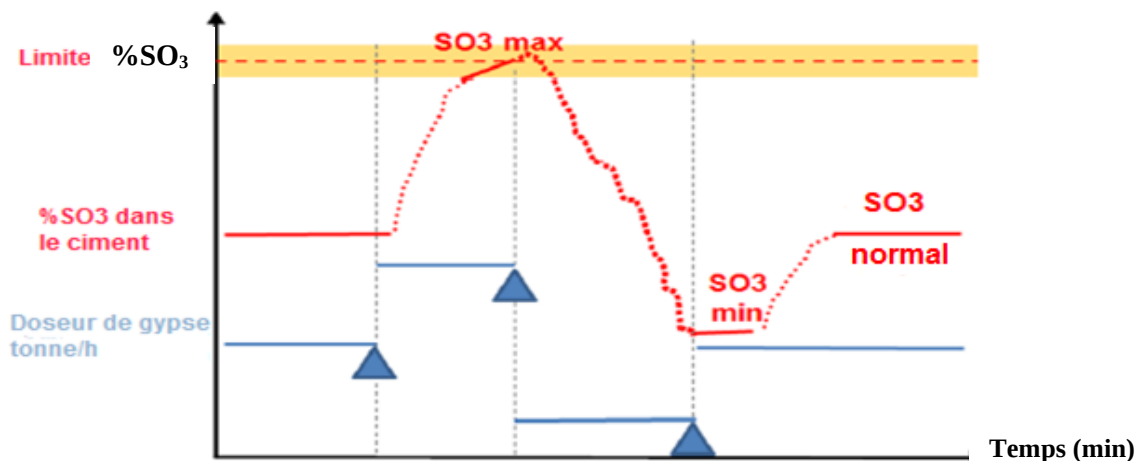


Figure 18:Diagramme d'évolution de %SO₃ au cours de l'essai

Tous les composants (clinker, calcaire) autres que le gypse sont proportionnellement ajustés car les points de consigne des doseurs sont fixés au cours de l'essai, à l'exception du

doseur de gypse. On peut estimer les points de consigne $X_{\max}$ et $X_{\min}$ respectivement pour les teneurs maximales et minimales en SO_3 . [7]

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

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

$X_{\text{départ}}$ est le point de consigne pour une production normale régulière qui est égale 4.3%.

Le tableau 6 présente la recette pour les 3 constituants de ciment CPJ45 Correspondant à la production régulière de l'usine Meknès.

Tableau 6: Production régulière (recette connu)

	Recette %	SO_3 %	Points de consigne d'alimentation	
Clinker	63,50	1,52		
Gypse	4,30	39,17	X_{Start}	4,3
Calcaire	32,20	0,12		
Ciment	100,00	2,69		

D'après les données que nous avons saisi dans le tableau ci-dessus, nous pouvons calculer les deux points $X_{\min}$ et $X_{\max}$.

Tableau 7: Essai avec de % SO_3 minimum (recette ajustée)

	Recette %	SO_3 %	Points de consigne d'alimentation	
Clinker	65,57	1,52		
Gypse	1,18	39,17	$X_{\min}$	1,1
Calcaire	33,25	0,12		
Ciment	100,00	1,50		

Application :

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

$$X_{\min} = 4.3 * \left(\frac{63.5}{4.3} / \frac{65.57}{1.18} \right)$$

Alors

$$X_{\min} = 1.1\%$$

Tableau 8:Essai avec de %SO₃ maximum (recette ajustée)

	Recette %	SO ₃ %	Points de consigne d'alimentation	
Clinker	61,22	1,52		
Gypse	7,74	39,17	Xmax	8,0
Calcaire	31,04	0,12		
Ciment	100,00	4,00		

Application :

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

$$X_{\max} = 4.3 * \left(\frac{63.5}{4.3} / \frac{61.22}{7.74} \right)$$

Alors

$$X_{\max} = 8\%$$

Ainsi à partir des résultats obtenus par Excel, nous pouvons distinguer l'intervalle de %SO₃ : la valeur minimale 1% et la valeur maximale 8%. [Fiche Excel RTO][7]

2.2.2 Préparatifs :

- Préparer un stock suffisant et homogène du clinker, calcaire et gypse ;
- S'assurer de la stabilité des doseurs (clinker, gypse, calcaire) ;
- Poster un préposé à la plateforme des doseurs afin d'éviter les marches à vide ;
- Le broyeur destiné à l'essai c'est le BK5.[9]

2.2.3 Mode opératoire :

- Au début de l'essai démarrer le broyeur avec la composition actuelle du ciment CPJ45 **(63.5% CK - 4.3% gypse-32.2%calcaire).**
- Ne démarrer l'essai que lorsque le broyeur est en marche stable (2h de marche). En fin d'essai il faut revenir à la consigne de départ.
- Il faut atteindre une cible de refus à 45 µm de **8,5% +/- 0.6**

L'essai sera réalisé en 2 étapes, le pourcentage du gypse sera augmenté dans un premier temps à **8%** puis baissé à **1 %**. Le %SO₃ du ciment variera entre **1.50** et **3.90%**. (10.1.004)

2.2.4 Conditions de la réussite de l'essai :

- Marche stable du Broyeur (Process et Qualité)
- Augmenter le réglage du doseur gypse : Adopter **8 %** (le % SO_3 a la limite sup).
- Prélever des échantillons de 5 kg toutes les 10 min pendant 1h (identifier précisément les échantillons).
- Diminuer le réglage du doseur gypse : Adopter **1%**
- Prélever des échantillons de 5 kg toutes les 5 min pendant 1h (identifier précisément les échantillons).
- Changer le % du gypse afin de retourner à l'état normal (Consigne du % SO_3).
- Prélever des échantillons de 5 kg toutes les 5 min pendant 30min (identifier précisément les échantillons).
- Après réalisation des essais physiques et chimiques au laboratoire, ne conserver que les échantillons représentatifs.[9]

Important : Au moment du changement des réglages doseurs, garder le réglage du clinker fixe à $63.5 \pm 0.5\%$, tout ajustement du réglage du gypse se fait au détriment du calcaire.

2.3 Essais sur les échantillons prélevés

2.3.1 Analyse chimique par fluorescence X

2.3.1.1 But :

Détermination des constituants des échantillons analysés afin d'assurer la rectification des consignes du doseur ainsi que la conformité du produit durant tout le procédé. Nous avons fait passer les différents échantillons sous rayon X.

2.3.1.2 Mode opératoire :

Nous avons pris une quantité de 10 g pour chaque échantillon que nous mettons dans un acier pour le surbroyage. On le fait passer ensuite dans un surbroyeur avec précaution. Après 3min, nous avons récupéré la matière et nous avons mis une quantité de 0.6 dans une presse pastille. La pastille formée sera dirigée vers la salle du rayon X pour la faire passer dedans afin d'analyser les compositions de la matière.

➤ **Remarque**

À partir des résultats (Annexe1) d'analyse chimique par fluorescence des rayons X de 28 échantillons prélevés nous avons pris juste les 8 échantillons qui sont les plus représentatives, sur ces 8 échantillons nous avons fait les autres analyses et essais.

2.3.2 Perte au feu (PAF)

2.3.2.1 But :

Détermination des espèces volatiles et le suivi thermique de la matière dans le procédé.

2.3.2.2 Mode opératoire :

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

Avec : **mc** : masse du creuset en platine vide.

m : masse de l'échantillon.

mf : masse final après sortie du four.

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

2.3.3 Mesure de la surface spécifique Blaine SSB des ciments

2.3.3.1 Principe :

Elle est caractérisée par la surface spécifique des grains de ciment, exprimée en cm^2/g . Dans les cas courants, elle consiste à mesurer le temps mis par une quantité d'air pour traverser un lit de ciment compacté à une dimension et une porosité spécifiée. La surface massique est proportionnelle au temps mis pour traverser la couche de ciment

2.3.3.2 Mode opératoire :

- ❖ Introduire la valeur de la masse volumique dans la base de l'appareil ;
- ❖ Peser la masse « m » indiquée par l'appareil (calculée en fonction de masse volumique introduite) ;
- ❖ Verser cette masse dans la cellule de l'appareil en utilisant un entonnoir ;
- ❖ Récupérer la valeur de la surface spécifique indiquée par l'appareil ;
- ❖ Être sûre que la température de la salle est de 20 °C.

2.3.4 Résistances à la compression

2.3.4.1 Principe :

Les essais de compression ont été effectués sur une presse de type Perrier d'une charge de 200KN asservie en chargement de $2400\text{N/s} \pm 200\text{N/s}$. Pour chaque essai, les 6 demi éprouvettes obtenues après l'essai de flexion ont été testés.

2.3.4.2 Mode opératoire :

Nous avons préparé à $T=20^{\circ}\text{C}$ un mortier en mélangeant 450g de ciment étudié, 225g d'eau de gâchage et 1 kg de sable normalisé à l'aide d'un malaxeur. Nous les avons placés dans un moule de 3 colonnes $4*4*12$ l'une pour 2 jrs, 7jrs, 28jrs, puis nous les avons placés dans la table à choc. Après on les laisse 24H à l'air libre. Nous récupérons les éprouvettes, ensuite, nous les avons mises dans une chambre humide avec un taux d'humidité supérieur à 90%. À la fin, nous avons mesuré leur résistance en MPa.

Avant d'effectuer les essais, les éprouvettes sont exposées à l'air libre pendant 20 minutes pour qu'elles acquièrent l'état normal d'humidité.

Les essais mécaniques ont lieu sur 3 éprouvettes et sont testés. En flexion et en compression à 1, 2, 7, et 28 jours.

2.4 Résultats et interprétations

2.4.1 Analyses chimiques

Les résultats des analyses chimiques par fluorescence X et la perte au feu pour les (8) échantillons sont présentés dans le Tableau suivant :

Tableau 9: Résultats des analyses chimiques pour les 8 échantillons

Analyses chimiques											
	N° Echantillons	SO ₃ (%)	Perte au feu (g)	CaO (%)	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	MgO (%)	Clinker (%)	Calcaire (%)	Gypse (%)
4,3%	1	1,99	13,74	59,12	16,65	2,27	2,44	1,13	63,9	32,9	3,2
	2	2,21	13,49	58,65	16,63	2,19	2,41	1,13	63,8	32,5	3,7
1%	3	2,47	13,49	58,4	16,61	2,19	2,39	1,1	63,7	31,8	4,5
	4	2,65	13,46	57,87	16,52	2,17	2,37	1,12	63,6	31,3	5,1
	5	2,93	13,1	57,5	16,45	2,21	2,39	1,16	63,3	30,9	5,8
8%	6	3,18	12,78	56,4	16,42	2,26	2,39	1,28	63,2	30,1	6,7
	7	3,33	12,66	56,3	16,40	2,26	2,39	1,27	63,4	29,6	7
	8	3,51	12,58	56,1	16,46	2,28	2,4	1,26	63,5	29	7,5

La composition chimique est un facteur déterminant de la résistance des ciments aux agents agressifs.

Le tableau (9) représente la variation des taux des principaux oxydes ainsi que la perte au feu dans les 8 échantillons prélevés en fonction de pourcentages des constituants (clinker, calcaire et gypse)

Nous voyons que le pourcentage d'anhydride sulfurique (SO₃) est inférieur à 4%. Ceci est conforme à la norme 10.1.004 [8].

Le taux des oxydes et la perte au feu (PAF) diminues proportionnellement avec l'augmentation du gypse, cette diminution est dû à la diminution du pourcentage du clinker et calcaire.

2.4.2 Propriétés physiques et mécaniques

Ces propriétés sont déterminées à partir de 4 essais : Refus, finesse Blaine, temps de prise et essai de compression. Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 10: Résultats des essais mécaniques et physiques

		Essais mécaniques							Essais physiques	
	N° Echantillons	SO3 (%)	RC1 (MPa)	RC2 (MPa)	RC7 (MPa)	RC28 (MPa)	Début de prise (Min)	Fin de prise (Min)	45µm de refus (%)	Finesse Blaine (cm ² /g)
4,3%	1	1,99	8,75	15,25	25,4	36,8	136	215	7,56	4159
	2	2,21	9,4	15,53	26,1	37,6	147	225	7,96	4169
1%	3	2,47	9	15,83	26,8	37,3	153	234	7,16	4254
	4	2,65	8,15	15,32	22,15	35,3	155	237	7,52	4360
	5	2,93	6,95	13,48	26	35,23	156	244	7,76	4375
8%	6	3,18	6,5	13,93	24,95	36	160	246	7,6	4409
	7	3,33	6,15	13,73	22,95	34,2	160	247	7,44	4428
	8	3,51	5,45	10,25	22,35	33,23	163	250	8,08	4564

2.4.2.1 Exploitation des résultats

À la lumière des essais réalisés, les conclusions suivantes peuvent être tirée :

- Une augmentation de la finesse Blaine (surface spécifique Blaine) avec l'augmentation du pourcentage du gypse (%SO₃) pour les 8 échantillons due à la broyabilité du gypse, toutes les valeurs sont supérieures à 3200cm²/g. ceci conforme à la norme 10.1.004
- Les valeurs obtenues par la détermination du pourcentage refus à 45 µm sont dans la tolérance permise 8±0,5 (10.1.004)

2.4.2.2 Représentation graphique

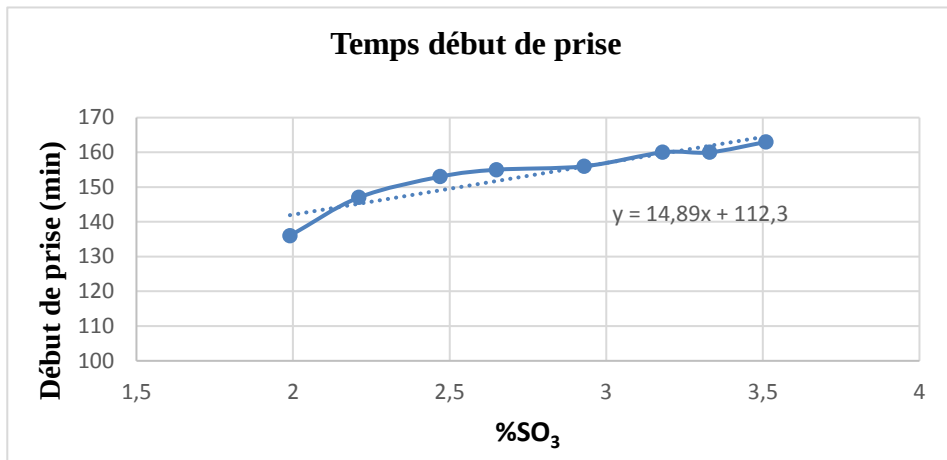


Figure 20 : Variation des Temps de prises en fonction du pourcentage de SO₃

➤ **Remarque :**

Parmi les facteurs qui ont été étudiés et ont une influence sur les résistances du ciment, il y a 3 facteurs, ces facteurs sont : le pourcentage de SO₃, le taux des oxydes provient du clinker et du calcaire, et le refus, selon nos résultats le %SO₃ qui se varie de manière significative tandis que les 2 autres n'ont aucune influence sur la résistance, Ils répondent à la norme (10.1.004).

Alors, Nous allons traiter seulement l'évolution des résistances en fonction d'un seul facteur qui est le %SO₃ illustré dans les graphes ci-dessous

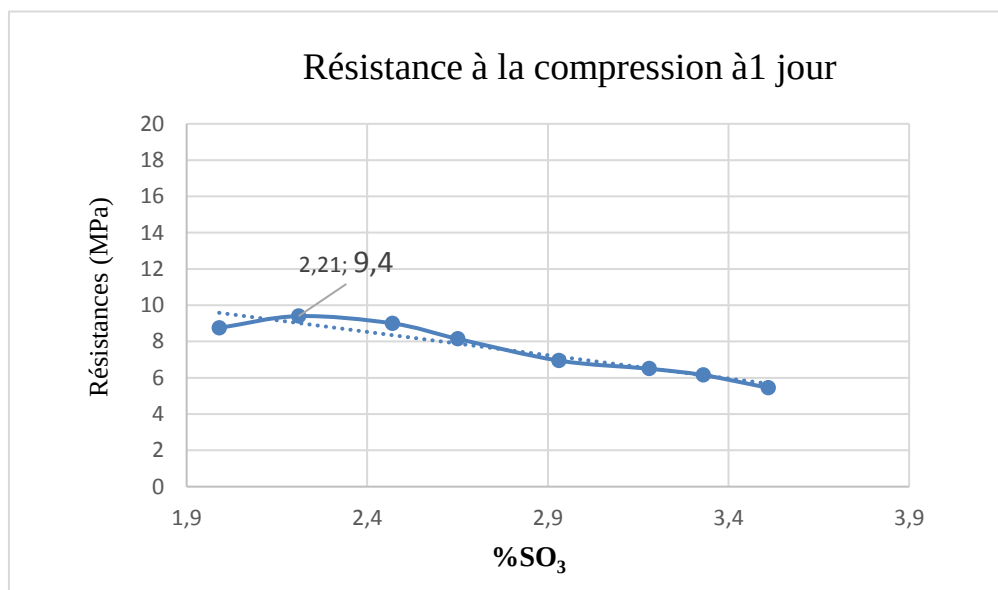


Figure 21: Effet de %SO₃ sur les résistances à la compression de 1 jour

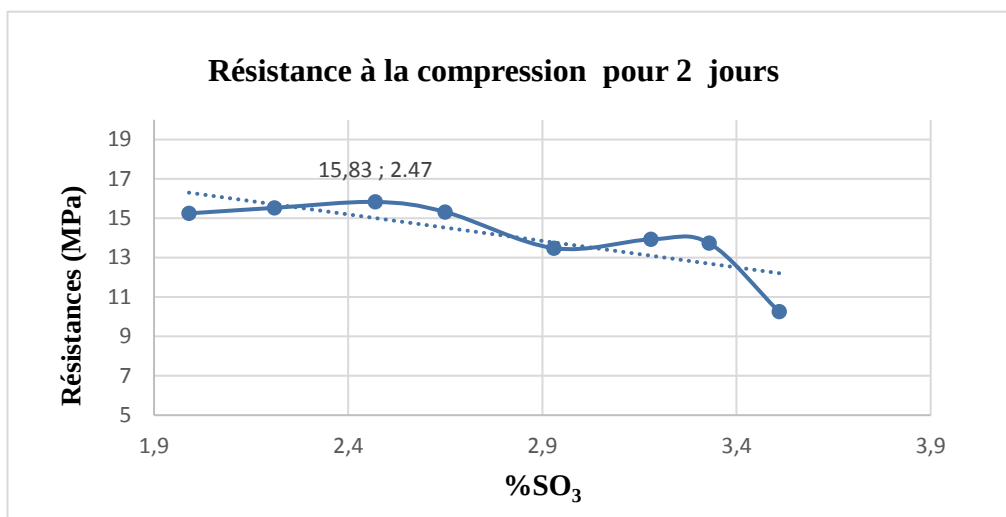


Figure 22 : Effet de %SO₃ sur les résistances à la compression de 2 jours

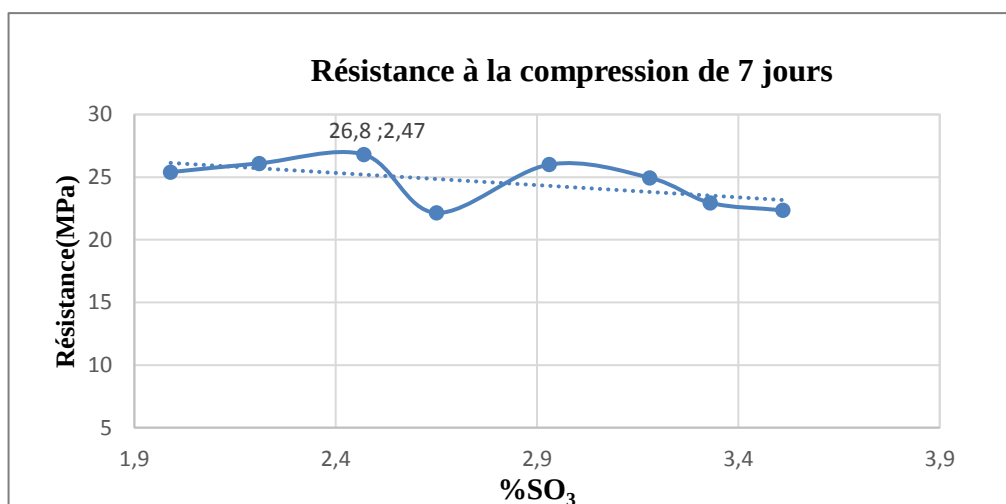


Figure 23 : Évolution des résistances à la compression en fonction de %SO₃ pour 7 jours

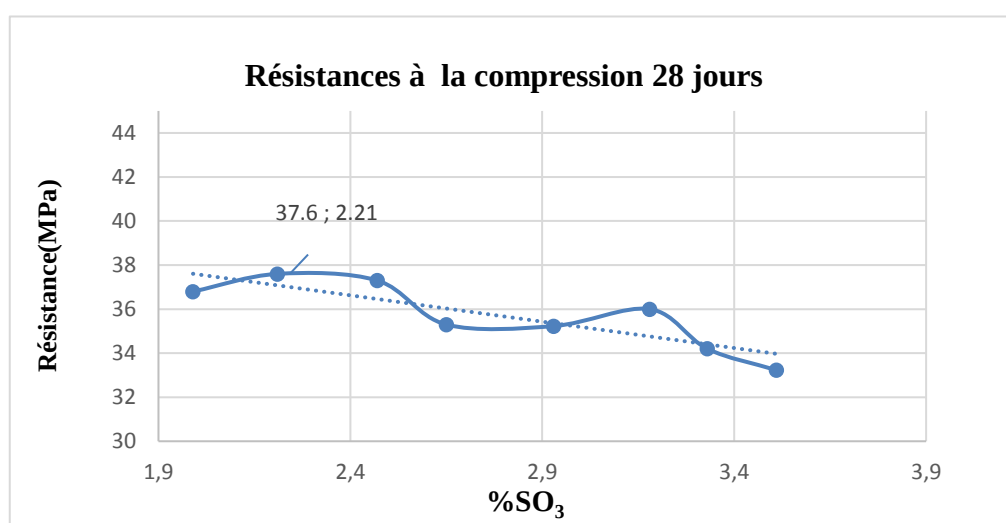


Figure 24 : Évolution des résistances à la compression en fonction de %SO₃ pour 28 jours

2.4.2.3 Interprétations

▪ **Tableau 10 et figure 20** : le temps début de prise et fin de prise est lié au %de SO_3 , et la courbe montre l'effet du pourcentage de SO_3 sur le temps début de prise. Selon les résultats obtenus nous avons noté que l'augmentation de temps début de prise avec l'augmentation de % de SO_3 dû à l'hydratation des C_3A avec le gypse, (le gypse qui joue le rôle d'un régulateur de prise qui retarde la formation d'aluminate de calcium hydraté en donnant d'abord du trisulfoaluminate de calcium hydraté (ettringite)

▪ **Figures (21-22)** les courbe des résistances à la compression pour les jeunes âges (1et 2jour) diminue en fonction de l'augmentation de % SO_3 .

- La valeur maximale de résistance pour la courbe du 1^{re} jour est 9.4MPa correspond à 2.21% de % SO_3 , et la valeur minimale de résistance 5.45 MPa correspond à un pourcentage de SO_3 égale 3.51%
- Pour la courbe du 2^{ème} jour, la valeur maximale de résistance est 15.83MPa correspond à un pourcentage de SO_3 égale 2.27%

▪ **Figure (23-24)** Toujours la courbe baissière pour les deux graphes des 7^{ème} jour et 28^{ème} jour

- La valeur maximale de résistance pour la courbe du 7^{ème} jour est 26.8 MPa correspond à un pourcentage de 2.47% pour le SO_3 .
- Concernant la courbe du 28^{ème} jour la valeur max 37.6MPa pour un pourcentage de SO_3 égale 2.21%.

D'après les résultats ci-dessus nous constatons que l'optimum de % SO_3 de CPJ45 qui donne une meilleure résistance se trouve dans l'intervalle [2.21-2.47] qui correspond à [3.7-4.5] du %gypse. D'abord on doit justifier de côté financier pour confirmer cet intervalle.

2.4.2.4 Raison financière

Le tableau ci-dessous montre le coût de ciment/tonne et les résistances à la compression de 28 jours en fonction de % SO_3 et les résistances à la compression de 28^{ème}. [7]

Tableau 11: Coût du ciment en fonction de % SO₃

	1	2	3	4	5	6	7	8
SO ₃ %	3,51	3,33	3,18	3,93	2,65	2,47	2,21	1,99
RC (MPa) 28jour	33,23	34,2	36	35,23	35,3	37,3	37,6	36,8
Couts de ciment / tonne [MAD/t]	189,6	189,3	189,1	188,6	188,2	187,8	187,3	187

D'après ce tableau nous pouvons tracer l'intersection des coûts du ciment/tonne et les résistances à la compression pour les 28 jours en fonction du %SO₃

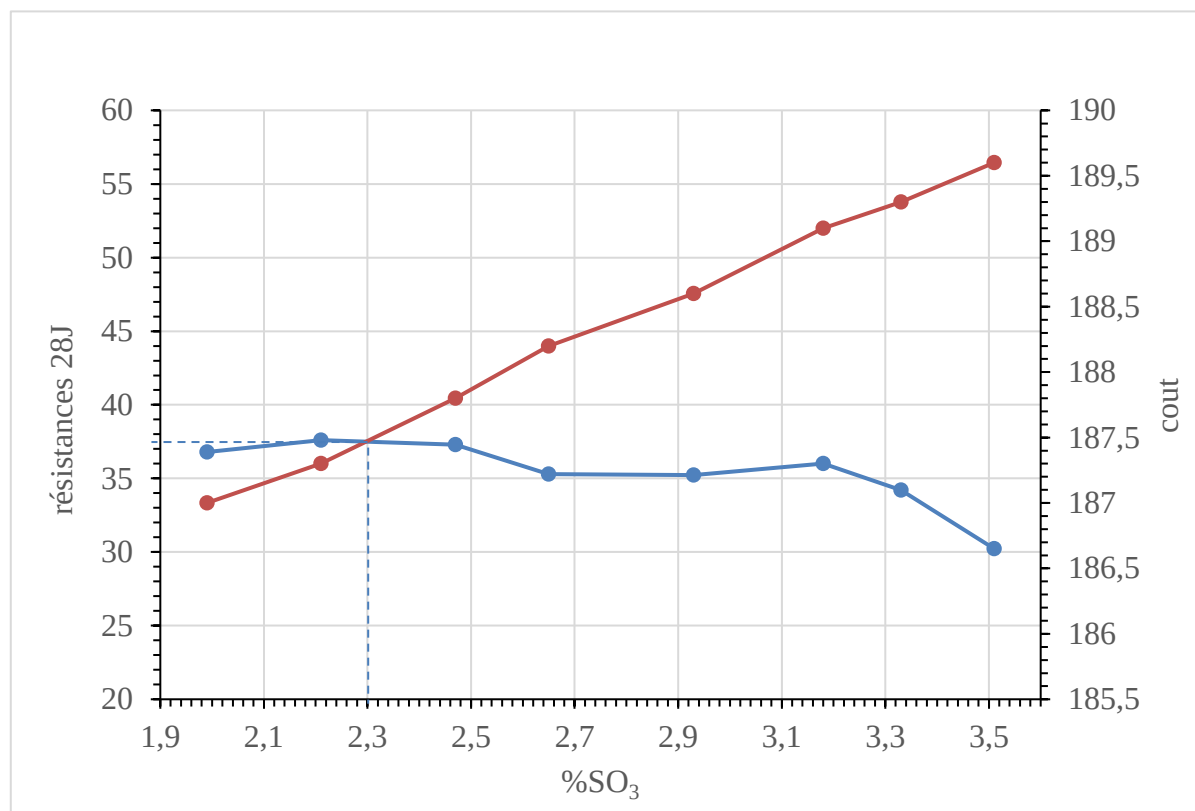


Figure 25: Intersection de coût du ciment et les résistances de 28 jours en fonction du %SO₃

(Figure 25) présente l'intersection de coût du ciment par tonne et les résistances à la Compression en fonction du pourcentage de SO_3 , nous constatons que le pourcentage optimum de SO_3 est le point d'intersection qui est égale 2.3% correspond à la résistance de 37.5MPa, et pour déterminer le pourcentage massique du gypse et les autre constituants (clinker et calcaire) correspond à cette valeur nous avons fait un calcul en retour présenter dans le tableau suivant : [6] [fiche Excel RTO]

Tableau 12: Recette finale calculée pour les constituants du ciment CPJ45

	Recette%	$\text{SO}_3\%$
Clinker	64,18	1,52
Gypse	3,28	39,17
Calcaire	32,54	0,12
Ciment	100	2,3

❖ Conclusion

Alors nous pouvons conclure d'après ce calcul (Tableau 12) que le pourcentage du gypse optimum est de 3.28 % pour un pourcentage du clinker 64.18% et 32.54% du calcaire.

Conclusion générale

Ce travail est une recherche de l'optimum de pourcentage du gypse basé sur l'augmentation de propriété physico-mécanique des pâtes de ciment (ciment CPJ45)

D'après les résultats expérimentaux obtenus, il ressort que la variation de gypse pour les différents pourcentages est le principal responsable de l'amélioration de la réactivité rapide des ciments et les résistances mécaniques des mortiers.

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

- L'augmentation de la quantité du gypse incorporé dans le ciment a un effet significatif sur la surface spécifique Blaine des ciments.
- Les résistances à la compression de tous les tests de mortier augmentent régulièrement avec l'âge.
- La résistance à la compression diminue avec l'augmentation du pourcentage d'ajout gypse.
- L'influence du taux d'ajout gypse sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux (mortiers) donne un changement de type et classe de résistance de ciment.
- . Le sulfate de calcium (gypse) en général amène à une diminution de la vitesse d'hydratation du ciment et donc :
 - ✚ A une augmentation du début de prise.
 - ✚ A une augmentation des résistances à court terme 1j et long terme à 28j

Enfin pour assurer une bonne qualité des ciments (CPJ45) avec des caractéristiques physico-chimiques et mécaniques conformes à la norme (ciment durable) il faut toujours chercher l'optimum du gypse, dans notre cas le pourcentage du gypse optimum fixé à l'ordre de 3.28%, il faut aussi contrôler la broyabilité, la réactivité et le stockage du clinker, assurer un bon broyage de ciment.

REFERENCE

- [3] Dossier technique qualité LafargeHolcim Meknès, version 2020
- [4] Recueil des normes sur les spécifications ciments (NM 10.1.005
- [1] <https://www.lafargeholcim.ma/fr/ciment>
- [2] <https://www.infociments.fr/ciments/fabrication-et-proprietes-des-ciments>
- [5] <http://doc.lerm.fr/lhydratation-du-ciment-portland/>
- [6] [TR Sulfate Optimization in Cement OP V1.0.pdf](#) 2020
- [7] [Optimum Sulfates BK5 CPJ45 2021 LafargeHolcim.xlsx](#) ,version 2020
- [8] [..\Downloads\recueil des normes spécifications ciments .pdf](#) (NM 10.1.004)
- [9] [Protocole de l'essai industriel gypsage optimum usine MEKNES .pdf](#)
- [10] « Ecoconception des ciments : synthèse, hydratation et durabilité », Joelle Kleib, thèse de doctorat-Université de Lille ,2018

Annex : 1

%GYPSE		SiO2 (%)	Al2O3 (%)	Fe2O3 (%)	CaO (%)	MgO (%)	SO3 (%)	K2O (%)	Na2O (%)	P2O5 (%)	TiO2 (%)
8%	ESSAI N°1 N°1	16,57	4,27	2,41	57,07	1,28	2,97	0,42	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°1 N°2	16,52	4,26	2,39	56,3	1,28	3,18	0,42	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°1 N°3	16,61	4,26	2,39	56,44	1,27	3,33	0,42	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°1 N°4	16,49	4,26	2,39	56,32	1,27	3,44	0,42	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°1 N°5	16,65	4,28	2,4	56,3	1,26	3,51	0,42	0,11	0,03	0,22
	ESSAI N°1 N°6	16,58	4,28	2,39	56,19	1,26	3,46	0,42	0,11	0,03	0,22
1%	ESSAI N°2 N°1	16,56	4,25	2,39	56,6	1,24	3,33	0,42	0,11	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°2	16,53	4,25	2,39	56,37	1,24	3,45	0,42	0,11	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°3	16,6	4,24	2,39	56,91	1,21	3,25	0,42	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°4	16,45	4,21	2,39	57,5	1,16	2,93	0,42	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°5	16,26	4,17	2,37	57,87	1,12	2,65	0,42	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°6	16,34	4,19	2,39	58,4	1,1	2,47	0,42	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°7	16,32	4,19	2,4	58,75	1,08	2,22	0,41	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°8	16,32	4,19	2,42	59,48	1,05	1,87	0,41	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°9	16,41	4,22	2,43	59,84	1,05	1,77	0,42	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°10	16,56	4,29	2,45	60,11	1,04	1,5	0,42	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°11	16,59	4,25	2,47	60,45	1,04	1,46	0,42	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°12	16,58	4,26	2,47	60,69	1,04	1,43	0,42	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°13	16,46	4,21	2,45	60,3	1,04	1,4	0,41	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°14	16,61	4,24	2,48	60,9	1,04	1,35	0,41	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°2 N°15	16,44	4,21	2,43	60,12	1,06	1,52	0,41	0,09	0,03	0,22
4,30%	ESSAI N°3 N°1	16,54	4,24	2,44	59,29	1,11	1,89	0,41	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°3 N°2	16,5	4,23	2,45	59,5	1,12	1,99	0,42	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°3 N°3	16,65	4,27	2,44	59,12	1,13	2,04	0,41	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°3 N°4	16,58	4,23	2,44	58,95	1,13	2,12	0,41	0,09	0,03	0,22
	ESSAI N°3 N°5	16,41	4,19	2,41	58,65	1,13	2,17	0,41	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°3 N°6	16,54	4,23	2,41	58,76	1,13	2,21	0,41	0,1	0,03	0,22
	ESSAI N°3 N°7	16,67	4,27	2,44	58,67	1,14	2,24	0,41	0,09	0,03	0,22

