

**Licence Sciences et Techniques (LST)**  
**Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité**  
**« TACQ »**

**PROJET DE FIN D'ETUDES**

**Effet de temps de broyage sur la qualité de mesure  
par spectromètre de fluorescence des rayons X**

**Présenté par :**

- ◆ **HSAIN Boutaina**

**Encadré par :**

- ◆ **Pr. IHSSANE Bouchaib (FST)**
- ◆ **OUAZZANI Taoufik Aziz (LaFargeHolcim)**

**Soutenu, Le 5 juillet 2021 devant le jury composé de :**

- **Pr. IHSSANE Bouchaib**
- **Pr. SAFFAJ Taoufiq**
- **Pr. ZAITAN Hicham**

**Stage effectué à LaFargeHolcim**

**Année Universitaire 2020 / 2021**

## Remerciements

Je remercie toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce travail, notamment :

Mon encadrant Pr. IHSSANE Bouchaib, dont les orientations précieuses ont savamment balisé ma recherche. Mes encadrant à LaFargeHolcim, Mr. Taoufik Aziz OUAZZANI et Mr. LAGMAH Mouhcin pour leur assistance, leur disponibilité, et leur esprit large.

Je remercie également l'ensemble de jury, qu'il me soit permis de vous témoigner toute ma gratitude et mon profond respect d'avoir aimablement accepté de juger ce mémoire.

Mes sincères remerciements s'adressent également à l'ensemble du personnel du service laboratoire contrôle de qualité pour m'avoir accueillie au sein de leur équipe, pour leur aide pratique et inconditionnelle et leur sympathie.

Enfin, je remercie mes chats, qui ont été ma source de motivation.

Que ceux que je n'ai pas cités trouvent ici l'expression de mes sincères remerciements pour leur précieux soutien et l'aide appréciable qu'ils m'ont apporté durant ce stage soit de près ou de loin.

## Liste des Figures

Figure 1 : Histoire LaFargeHolcim Maroc.....	3
Figure 2 : organigramme représentant les 4 activités de LAFARGE Maroc.....	4
Figure 3 : étapes de fabrication de ciment.....	5
Figure 4 : Ensachage de ciment.....	11
Figure 5 : Four à moufle.....	14
Figure 6 : La Perleuse Perl'X.....	14
Figure 7 : Presse à pastilles.....	15
Figure 8 : Broyeur à disques.....	15
Figure 10 : Pastilles de Cru.....	16
Figure 11 : Carte de contrôle de SiO <sub>2</sub> dans les échantillons de cru.....	18
Figure 12 : Carte de contrôle de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dans les échantillons de cru.....	19
Figure 13 : Carte de contrôle de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dans les échantillons de cru.....	19
Figure 14 : Carte de contrôle de CaO dans les échantillons de cru.....	19
Figure 15 : Carte de contrôle de MgO dans les échantillons de cru.....	20
Figure 16 : Carte de contrôle de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> dans les échantillons de cru.....	20
Figure 17 : Carte de contrôle de SO <sub>3</sub> dans les échantillons de cru.....	20
Figure 18 : Carte de contrôle de K <sub>2</sub> O dans les échantillons de cru.....	21
Figure 19 : Carte de contrôle de Na <sub>2</sub> O dans les échantillons de cru.....	21
Figure 20 : Carte de contrôle de SiO <sub>2</sub> dans les échantillons de clinker.....	23
Figure 21 : Carte de contrôle de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dans les échantillons de clinker.....	23
Figure 22 : Carte de contrôle de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dans les échantillons de clinker.....	23
Figure 23 : Carte de contrôle de CaO dans les échantillons de clinker.....	24
Figure 24 : Carte de contrôle de MgO dans les échantillons de clinker.....	24
Figure 25 : Carte de contrôle de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> dans les échantillons de clinker.....	24
Figure 26 : Carte de contrôle de SO <sub>3</sub> dans les échantillons de clinker.....	25
Figure 27 : Carte de contrôle de K <sub>2</sub> O dans les échantillons de clinker.....	25
Figure 28 : Carte de contrôle de Na <sub>2</sub> O dans les échantillons de clinker.....	25

## Liste des tableaux

Tableau 1 : Limites de tolérance des écarts entre perle et pastille.....	17
Tableau 2 : Résultats des analyses des perles, en pourcentage.....	17
Tableau 3 : Résultats des analyses du cru 1.....	17
Tableau 4 : Résultats des analyses du cru 2.....	18
Tableau 5 : Résultats des analyses du cru 3.....	18
Tableau 6 : Résultats des analyses des perles de Clinker.....	21
Tableau 7 : Résultats des analyses de clinker 1.....	22
Tableau 8 : Résultats des analyses de clinker 2.....	22
Tableau 9 : Résultats des analyses de clinker 3.....	22

## Sommaire

<b>Introduction.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Partie Théorique.....</b>	<b>2</b>
<b>I- Présentation de l'organisme.....</b>	<b>3</b>
1. Historique d'entreprise.....	3
2. Activités.....	3
3. La fabrication du ciment.....	4
4. La cimenterie de Meknès.....	5
a. Les grandes dates qui marquent la vie de l'usine de Meknès.....	5
b. Produits fabriqués par l'usine de Meknès.....	6
c. Services de LaFargeHolcim Meknès.....	6
<b>II- Procédé de fabrication de ciment.....</b>	<b>7</b>
1. Composants du ciment.....	7
a. Matières premières.....	7
i. Calcaire.....	7
ii. Argile.....	7
2. Procédé de fabrication de ciment.....	8
a. Carrière et extraction.....	8
b. Concassage.....	8
c. Pré-homogénéisation.....	8
d. Broyage du cru.....	8
e. Homogénéisation.....	9
i. Zone de cuisson.....	9
ii. Tour à cyclones.....	9
f. Four rotatif.....	9
g. Refroidissement.....	10
h. Broyeur à boulets.....	10
i. Ensachage et expédition.....	11

<b>Chapitre II : Partie Expérimentale.....</b>	<b>12</b>
<b>I- Introduction.....</b>	<b>13</b>
<b>II- Analyse XRF.....</b>	<b>13</b>
1. Définition.....	13
2. Objectifs.....	13
3. Mode de fonctionnement.....	13
<b>III- Pastille et perle.....</b>	<b>14</b>
1. Différence entre pastille et perle.....	14
2. Préparation perle.....	14
a. Appareils utilisés.....	14
b. Mode opératoire.....	14
c. Fonctionnement de la perleuse.....	15
3. Préparation pastille.....	15
a. Appareils utilisés.....	15
b. Préparation de Cru.....	16
c. Préparation de Clinker.....	16
<b>IV- Les Comprimés : Polysius Et Herzog.....</b>	<b>17</b>
1. Pourquoi on les utilise ?.....	17
2. Différence entre Polysius et Herzog.....	17
<b>V- Analyse des résultats.....</b>	<b>17</b>
1. Cru.....	17
a. Tableaux des résultats.....	17
b. Diagrammes.....	18
2. Clinker.....	22
a. Tableaux des résultats.....	22
b. Diagrammes.....	23
<b>Conclusion.....</b>	<b>28</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>27</b>

## Introduction

L'industrie cimentière est l'une des industries les plus structurées et les plus porteuses sur le royaume. L'industrie marocaine du ciment a constamment répondu au développement quantitatif des besoins et à l'évolution quantitative du marché grâce à la modernité de ses centres de production. Pour répondre à cette demande qui est en perpétuelle augmentation, il est indispensable de maîtriser le processus de fabrication du ciment. Il faut alors effectuer des analyses à chaque étape de production pour s'assurer de la qualité du ciment.

Le spectromètre de fluorescence des rayons X (XRF) nous aide à effectuer ces analyses. On doit alors préparer des perles, pour la référence, et des pastilles, qu'on compare pour s'assurer de la qualité d'échantillon.

La taille de l'échantillon a une influence sur la qualité de mesure XRF. Donc, avant de l'analyser, l'échantillon nécessite un broyage. On obtient alors, une poudre fine, à partir de laquelle on prépare les pastilles. Mais, pour que la pastille ne se casse pas, on a besoin d'ajouter des comprimés, qui jouent le rôle d'une colle et nous permettent d'analyser l'échantillon, tout en protégeant le spectromètre.

Ce stage a pour but de trouver le temps de broyage le plus optimal pour que les résultats de pastille soient compatibles avec ceux des perles.

Je présenterai brièvement dans ce qui suit, l'historique de LaFargeHolcim, quelques notions générales sur la composition, ainsi que le procédé de fabrication du ciment. Ensuite, je vais parler plus en détail des analyses XRF, et je montrerai les étapes suivies pour aboutir à des résultats conforme aux normes.

كلية العلوم و التقنيات فاس  
+οΥΣΠοι+ | +ΓοΟοιΣΙ Λ +ΟΙΣΧΣ+ΣΙ  
Faculté des Sciences et Techniques de Fès



جامعة سيدي محمد بن عبد الله  
+οΟΛοΠΣ+ ΟΣΛΣ ΓΣΛΓΓοΛ ΘΙ ΗΘΛΣΠΠοΦ  
Université Sidi Mohamed Ben Abdellah

# Chapitre I :

## Partie Théorique



## I- Présentation de l'organisme [1]

### 1. Historique d'entreprise

La Figure suivante montre l'historique de LaFargeHolcim au Maroc.

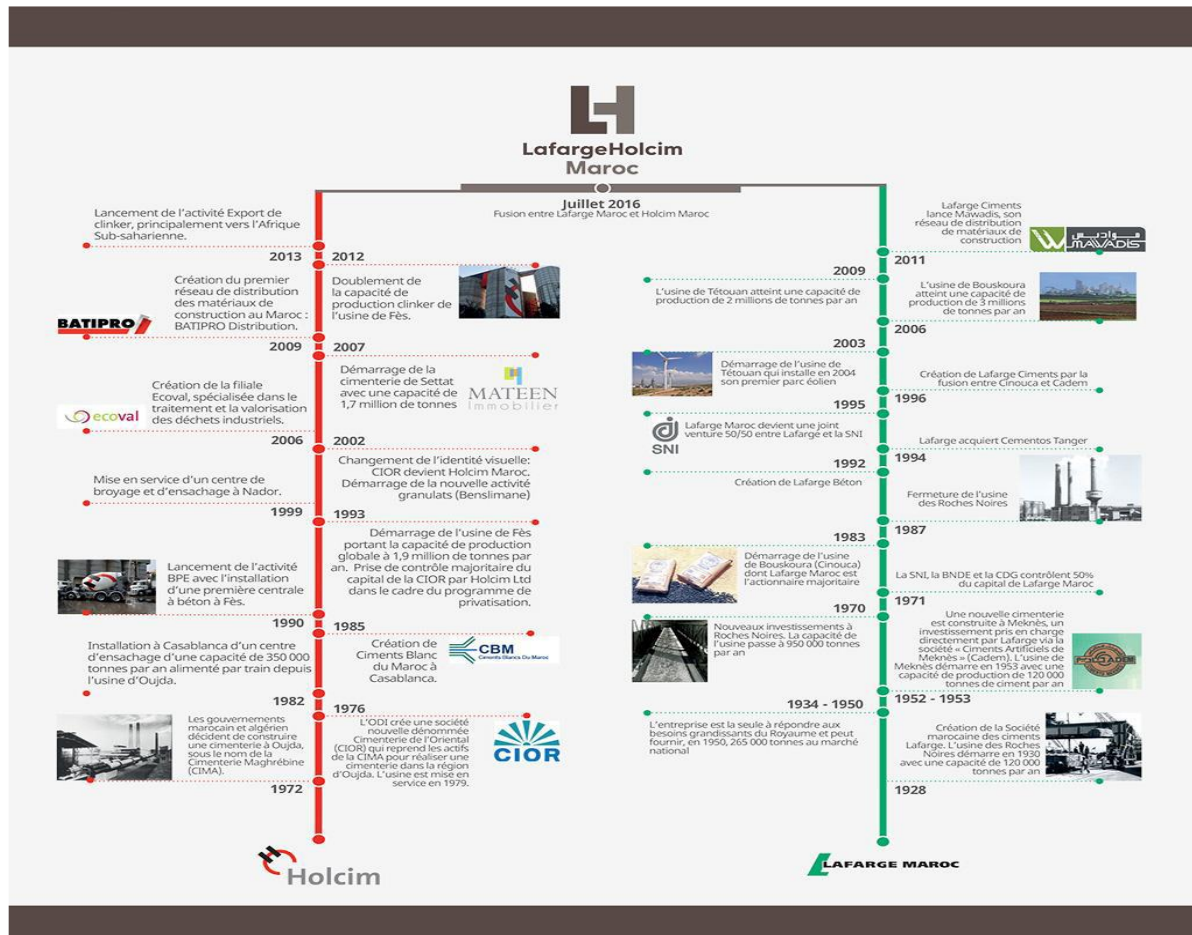


Figure 1 : Histoire LafargeHolcim Maroc

### 2. Activités

Audace, innovation, expansion...le groupe Lafarge conserve aujourd'hui un certain nombre de traits de caractère dont il a hérité à la naissance en 1833.

LAFARGE Maroc est un partenariat à part égale entre le groupe LAFARGE et l'ONA, premier groupe industriel privé au Maroc après avoir pris le contrôle de la majorité du capital de la SNI. Cet accord a permis de se doter d'une structure financière forte par l'augmentation de son capital et qui représente près de 1.5 Milliards de DH.

La Figure 2 montre les 4 activités de LaFargeHolcim, mais, la cimenterie constitue l'activité essentielle et la plus rentable de LAFARGE MAROC, d'ailleurs, la production représente 85% des ventes du groupe.

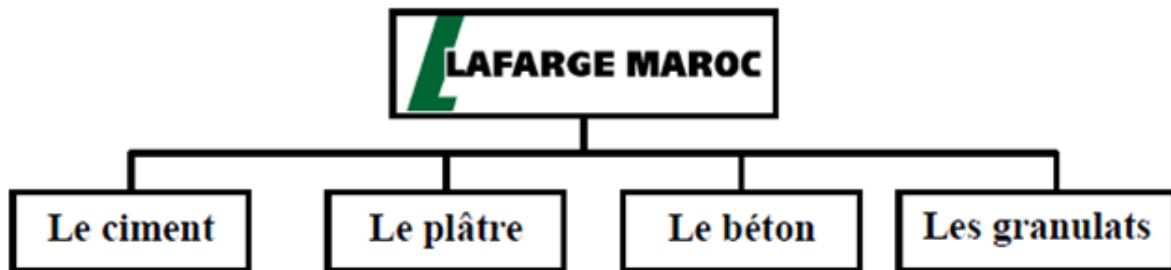


Figure 2 : organigramme représentant les 4 activités de LAFARGE Maroc

### 3. La fabrication du ciment

Le ciment est un liant hydraulique, au même titre que la chaux : mélangé avec de l'eau, il durcit et prend en masse. Après durcissement, les liants hydrauliques conservent leur résistance, ainsi que leur stabilité, même exposés à l'eau. Ce liant 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. Lafarge France produit ainsi des ciments destinés à tous les types de béton, aux mortiers, aux enduits...

La fabrication du ciment se distingue en cinq étapes principales (voir figure3) :

- L'extraction
- La pré-homogénéisation
- Le séchage et broyage cru
- La cuisson
- Le broyage cuit.

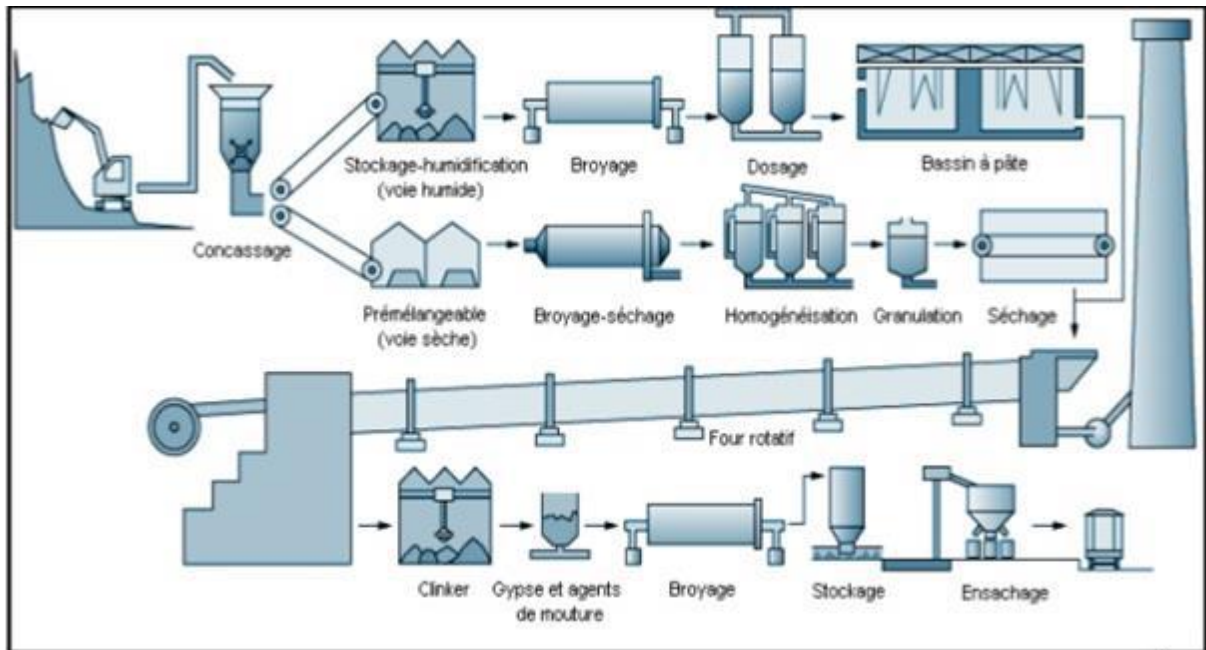


Figure 3 : étapes de fabrication de ciment

#### 4. La cimenterie de Meknès

##### a. Les grandes dates qui marquent la vie de l'usine de Meknès

**1952** : Démarrage de l'usine CADEM avec une seule ligne de production avec 400t/j.

**1971** : Extension des capacités productives avec l'installation d'un nouveau four de 650t/j.

**1985** : Conversion du procédé voie humide en voie sèche, tout en augmentant la capacité de production qui atteint 1500 t/j.

**1989** : Installation, d'un broyeur à ciment BK4.

**1990** : La capacité de production passe de 1500 à 1800 t/j, grâce à des modifications au niveau de précalcinateur et du refroidisseur.

**1993** : Démarrage d'une nouvelle ligne de cuisson ; contrat Clé-CADEM four avec un pré chauffeur simple, d'une capacité de 1200 t/j.

**1997** : La CADEM est devenue LAFARGE Meknès et faisant partie du Groupe LAFARGE. Plusieurs améliorations ont été réalisées pour augmenter le niveau de production

**2001** : - Mise en place d'un filtre à manche F1 en aval du four pour protéger l'environnement  
 -Modification du précalcinateur four pour protéger l'environnement.

**2002** : Le système de management environnemental de l'usine, a reçu sa certification ISO 14001 (de l'environnement) et le ISO 9001 (de qualité) par deux organismes de certification à savoir le Ministère de l'Industrie et l'Association Française de l'Assurance Qualité (AFAQ).

**2003 /2004** : La mise à jour de la nouvelle installation du projet d'extension du stockage et d'ensachage du ciment. Cet aménagement a été accompagné par une démarche d'automatisation et d'un système de contrôle commande. Comme c'était la mise à niveau d'une installation d'incinération des pneus déchiquetés au niveau BAF ligne 2.

**2004/2005** : - Lancement d'une nouvelle organisation Usine/Secteur.

- Annonce du développement des compétences de Fabrication.

**2005** : Mise en place d'un filtre hybride four2.

b. Produits fabriqués par l'usine de Meknès

L'Usine assure la production de plusieurs types de ciment pour répondre à la demande croissante de la région. Les types de ciments produits sont :

- Le ciment portland CPJ 35
- Le ciment portland CPJ 45
- Le ciment portland artificiel CPJ 55

c. Services de LaFargeHolcim Meknès

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

- Service carrière
- Service fabrication
- Service électrique et régulation
- Service commercial
- Direction financière
- Direction administrative
- Service contrôle de qualité
- Service procédé
- Service sécurité

## II- Procédé de fabrication de ciment

### 1. Composants du ciment

Les matières premières qui rentrent à la production d'un clinker portland sont essentiellement le calcaire et l'argile (proportions variées) ou toutes matières renfermant essentiellement de la chaux (CaO), de la silice (SiO<sub>2</sub>), de l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), et de l'oxyde ferrique (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

En général pour faire du ciment, on peut utiliser toute matière qui, à la cuisson, donne la composition chimique convenable, contenant les oxydes essentiels : CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Néanmoins, pour des raisons économiques, le nombre de ces matières est en fait strictement limité, les matières calcaires utilisables sont : le calcaire, la pierre à ciment, la marne et les coquillages marins [2].

#### a. Matières premières

##### i. Calcaire

Les calcaires peuvent être de pureté et de duretés variables, ils proviennent du dépôt de CaCO<sub>3</sub> contenu dans les eaux de mer ou des lacs, dépôts provoqués par précipitation chimique ou réalisés par l'intermédiaire d'organismes vivants (mollusques, algues) [3]

##### ii. Argile

Les argiles sont constituées essentiellement de silice, d'alumine et de fer et constituent par là même le complément indispensable du calcaire. Elles peuvent être classées de plusieurs manières.

Les argiles utilisées en cimenterie sont des argiles communes qui peuvent être constituées par des mélanges des groupes énumérés. De plus les argiles résiduelles contiennent souvent des fragments des roches qui leur ont donné naissance et qui risquent de les rendre impropres à la fabrication du ciment (silex, quartz, sous forme de nodules, de sable,...etc.) [3].

La composition des matières premières naturelle diffère d'un gisement à un autre, pour cette raison, des matières de correction peuvent être ajoutées tel que la bauxite, l'oxyde de fer, le laitier...

## 2. Procédé de fabrication :

### a. Carrière et extraction :

Elle permet de fournir deux essentielles matières premières le calcaire et l'argile, elles sont extraites comme des roches et cela par méthode de l'abattage à l'explosif, le calcaire est transporté par des dumpers vers un atelier de concassage.

En général, les opérations nécessaires menées dans la carrière : le forage dans la roche, l'abattage à l'explosif, l'excavation, le transport et le concassage [2].

Les matières premières sont extraites des parois rocheuses d'une carrière à ciel ouvert par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique ou encore par ripage aux bulldozers. La roche est reprise par dumpers vers un atelier de concassage [6].

### b. Concassage

Le concasseur a pour rôle de ramener les matières premières à des dimensions admissibles pour le broyeur. Les matières premières sont fournies par les carrières en gros morceaux avec leur humidité naturelle et doivent être séchées puis concassés à la granulométrie désirée (0-25mm). Le concasseur traite un mélange cru qui contient environ 80 % de calcaire et de 20% d'argile dans la cimenterie [4].

### c. Pré-homogénéisation

Dans un hall, la matière première est étendue en couche horizontales successives formant un tas par un des roues pelles, les couches sont ensuite reprise verticalement ce qui permet de prélever un mélange de composition identique, d'où la pré-homogénéisation se fait à l'aide d'un bras râteau [7].

### d. Broyage du cru

Pour que les matières pré-homogénéisées du mélange cru soient plus réactives au cours de leur cuisson dans le four, il faut qu'elles soient finement broyées. Les meilleurs clinkers sont les plus fins parce que les réactions chimiques et les échanges thermiques sont plus intenses que quand les surfaces des particules sont plus grandes. A l'usine LaFargeHolcim le broyage est effectué au même temps que le séchage de cru. Ce broyeur fonctionne avec un séparateur à air et un broyeur sécheur.

Ce dispositif est très efficace car les gaz chauds enveloppent complètement les particules fines et leur transmettent leur chaleur. Les facteurs responsables à déterminer la quantité de gaz chaud



qu'il faut fournir à l'installation pour éliminer l'eau de cru sont : le degré d'humidité de la matière et la température du gaz. La vapeur d'eau produite est évacuée du groupe broyeur par élimination d'une quantité du mélange air-vapeur, elle doit être abondante pour éviter la condensation [7].

e. Homogénéisation

A la suite du broyage et après séparation, les matières premières sont transformées en une poudre de grande finesse appelée dans le jargon cimentier « Farine ». Cette farine doit présenter une composition chimique aussi constante que possible. Ces matières premières sont acheminées vers des silos d'une capacité unitaire de 10000 t dans lesquelles elles sont homogénéisées. L'opération d'homogénéisation complète le processus de préhomogénéisation préalable, elle permet d'obtenir un produit de caractéristiques chimiques uniformes qui permettent la fabrication d'un clinker de qualité constante. La préparation de la matière première est maintenant achevée. Le principe est d'envoyer l'air en bas de silos permettant de fluidifier la farine [5].

f. Zone de cuisson

La ligne de cuisson est constituée par :

- Un préchauffage
- Un four rotatif

i. Tour à cyclones

Une tour de préchauffage, constituée de différents étages de cyclones, est installée en amont du four. La farine est introduite sous forme de poudre dans une tour de préchauffage où la farine est préalablement chauffée (50°C jusqu'à 900°C) par les gaz produits dans le four rotatif (phase de pré calcination). Elle subit au cours de cette cuisson des réactions chimiques complexes : tout d'abord, le calcaire se décarbonate sous l'action de la chaleur à une température avoisinant les 900°C et se transforme en chaux, tandis que les argiles se décomposent en silicates et aluminates [5].

ii. Four rotatif

Cette étape consiste à sécher, déshydrater et décarbonater partiellement la matière crue. Le capot de chauffe à la sortie du four est équipé d'un brûleur spécial qui atteint une température

maximale d'environ 1450°C pendant 1 heure. La flamme résultante de la combustion du coke de pétrole 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 de l'inclinaison du four, la matière complète sa décarbonatation et se transforme par cuisson jusqu'à ce qu'il devienne «clinkerisé», sous forme de grains gris foncés arrondis dont les dimensions sont irrégulières [7].

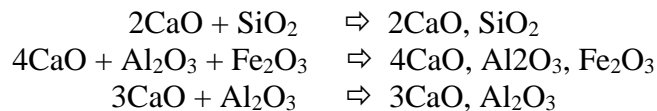
#### **La décarbonatation : A 720-950°C**

La décarbonatation du carbonate du calcium  $\text{CaCO}_3$  donne de la chaux vive selon la réaction :



#### **Phase de cuisson :**

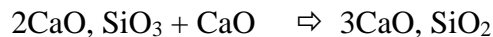
Les réactions suivantes s'effectuent à une température de 900-1200°C :



#### **Phase de cuisson :**

Les réactions suivantes s'effectuent à une température de 1300-1400°C :

Transformation de  $2\text{CaO}, \text{SiO}_2$  (C2S) en  $3\text{CaO}, \text{SiO}_2$  (C3S)



#### **f. Refroidissement**

A l'aval du four le clinker sort avec une température qui dépasse 1400°C et chute vers 100°C dans le refroidisseur, pour subir une trompe rapide afin de figer les C3S et les empêcher de redevenir des C2S chose qui influe sur la qualité du clinker en matière de sa composition et qui influe par la suite sur l'atelier de broyage cuit parce que les C2S sont difficile à broyer. Les refroidisseurs permettent aussi de baisser la température du clinker pour faciliter la manutention et le stockage [7].

#### **g. Broyeur à boulets**

Il est réalisé en continu dans des broyeurs alimentés à partir des stocks de clinker et des différents constituants et ajouts.

Le broyage a pour objectif, d'une part de réduire les granulats de clinker en poudre, d'autre part, de procéder à l'ajout du gypse (dont le rôle est de réguler le phénomène de prise), ainsi qu'à celui des éventuels autres constituants (pouzzolane, calcaire de correction) ce qui permet d'obtenir les différents types de ciments normalisés [3].



k. Ensachage et expédition

A la sortie du broyeur, le ciment est transporté vers des silos de stockage pour être soit ensaché, soit, expédié en vrac comme l'indique la figure 4.

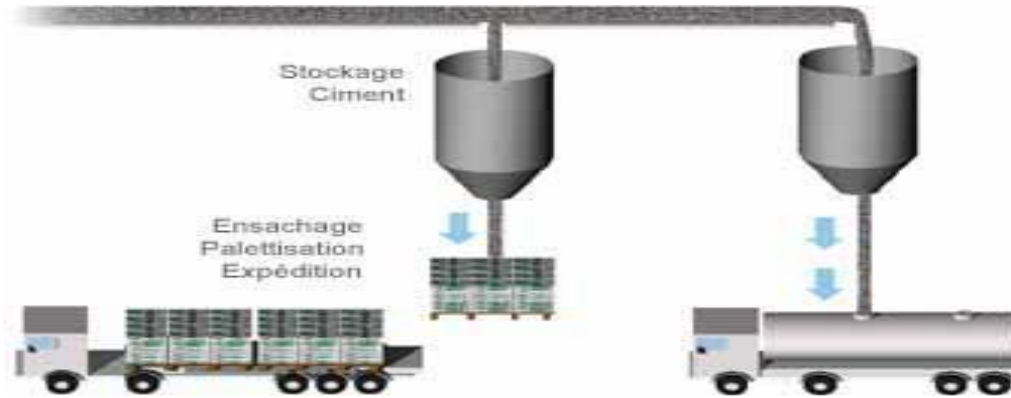


Figure 4 : Ensachage de ciment

كلية العلوم و التقنيات فاس  
+οΥΣΠοι+ | +ΓοΟοιΣΙ Λ +ΟΙΣΧΣ+ΣΙ  
Faculté des Sciences et Techniques de Fès



جامعة سيدي محمد بن عبد الله  
+οΟΛοΠΣ+ ΟΣΛΣ ΕΣΛΕΟΛ ΘΙ ΗΘΛΣΗΗοΦ  
Université Sidi Mohamed Ben Abdellah

## Chapitre II :

### Partie expérimentale

## I. Introduction

Vu que les comprimés Polysius ne sont plus disponible sur le marché, LaFargeHolcim a décidé d'utiliser les comprimés Herzog comme alternatif. On a donc deux options ; soit d'étalonner les machines de nouveau avec les comprimés Herzog, soit de trouver le temps de broyage le plus optimal, de sorte que les résultats des comprimés Herzog soient compatibles avec ceux des comprimés Polysius.

L'étalonnage nécessite l'assistance des fabricant de l'appareil Brucker XRF, ce qui est couteux et peut prendre beaucoup de temps. Donc, on a choisi la deuxième option.

Pour trouver ce temps de broyage, on a besoin d'effectuer des analyses XRF.

## II. Analyse XRF

### 1. Définition

La fluorescence Rayons X est une interaction entre les rayons X primaires et les différentes couches électroniques de l'atome. Les électrons sont excités et migrent vers une couche électronique supérieure. En revenant à l'état initial il y a émission d'un rayonnement spécifique à l'élément. Intensité rayonnement secondaire est proportionnelle à la concentration de l'élément [1].

### 2. Objectifs

La spectrométrie de fluorescence X est une méthode d'analyse chimique utilisant les propriétés physiques de la matière pour déterminer les oxydes mineurs et majeurs et d'autres composants chimiques [1].

### 3. Mode de fonctionnement

Pour l'analyse XRF, on utilise le spectromètre de marque BRUCKER. Quand on insert l'échantillon dans celle-ci, elle fonctionne comme suivant :

Il y a émission des rayons X. Ces rayons X frappent les éléments contenus dans l'échantillon. Celles-ci émettent alors une fluorescence qui revient vers le détecteur à rayons X de l'analyseur. Le détecteur mesure le spectre d'énergie. Ces énergies indiquent quels éléments sont présents et en quelles quantités [8].

## II. Pastille et perle

### 1. Différence entre pastille et perle

On utilise la perle comme référence par ce qu'elle est préparée à l'aide des étalons certifiés.

### 2. Préparation perle

#### a. Appareils utilisés

Pour préparer une perle, on utilise un four à moufle (figure 5) et une perleuse (figure 6).



Figure 5 : Four à moufle



Figure 6 : La Perleuse Perl'X

#### b. Mode opératoire

- On prend une quantité d'échantillon à analyser
- On le met dans un creuset et ensuite dans le four (figure7) pendant 30min à 950°C
- À sa sortie du four, on calcule d'abord la perte au feu, ensuite, pèse 1g de cet échantillon et on ajoute 8g de fondant et on les met dans la perleuse. (figure8).
- Le fondant sert à baisser la température de fusion de l'échantillon [1]

#### La perte au feu :

Le principe consiste à peser la masse de la matière avant et après le passage dans un four à 950°C. C'est-à-dire la teneur en H<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub> qui se sont volatilisés par déshydratation et calcination dans le four à mofle à la même température. Elle est appliquée sur le cru, le clinker et le ciment pour une durée de 30 min environ [1].

### c. Fonctionnement de la perleuse [1]

Pour avoir une perle, l'appareil Perl'X suit les étapes suivantes :

- Préchauffage : pendant 190s
- Pré-fusion : pendant 240s + agitation
- Première fusion : pendant 120s + agitation
- Deuxième fusion : pendant 240s + agitation
- Refroidissement 1 : pendant 60s
- Refroidissement 2 : pendant 140s
- Refroidissement 3 : pendant 60s

### 3. Préparation pastille

#### i- Appareils utilisés

Pour préparer une pastille, on utilise : un broyeur à disque (figure7), une presse à pastilles (figure8) et un spectromètre de fluorescence des rayons X (figure9).



Figure 7 : Presse à pastilles



Figure 8 : Broyeur à disques

#### ii- Préparation du cru

- On prend 20g + 2 comprimés HERZOG et on le broie à l'aide du broyeur à disque
- Après, on pèse 6g et on les met dans la Presse HERZOG à 200 KN pour avoir une pastille
- Le temps de broyage varie entre 85s et 120s
- On ajoute 5s à chaque fois.

- On prépare une perle et une pastille avec 2 comprimés Polysius à 95s pour comparer les résultats [1].
- La figure suivante nous montre des pastilles préparée à partir du cru.



Figure 10 : Pastilles de Cru

### iii- Préparation du clinker

Le Clinker a besoin d'un premier broyage avant de l'utiliser car sa taille est plus grande.

- On utilise le broyeur automatique pour broyer le clinker.
- On prend 20g + 4 comprimés HERZOG et on le broie à l'aide du broyeur à disque
- Après, on pèse 11g et on les met dans la Presse HERZOG à 200KN pour avoir une pastille
- Le temps de broyage varie entre 70s et 105s
- On ajoute 5s à chaque fois.
- On prépare une perle et une pastille avec 2 comprimés Polysius à 70s pour comparer les résultats [1].

### III. Les Comprimés : Polysius Et Herzog

#### 1. Pourquoi on les utilise ?

On utilise des comprimés lors de broyage pour que la pastille ne se casse pas.

On utilise 2 comprimés pour le cru et 4 pour le clinker car il est plus fin donc plus susceptible de se casser.

## 2. Différence entre Polysius et Herzog

Les comprimés Polysius facilitent la récupération de la matière, alors que les comprimés Herzog rendent la récupération difficile parce que la matière se colle sur les disques du broyeur donc on doit l'essuyer à chaque utilisation pour que les échantillons ne se mélangent pas, chose qui augmente le risque de contamination.

## IV. Analyse des résultats

### 1. Cru

Le spectromètre nous aide à déterminer la quantité de chaque élément présent dans l'échantillon. Le tableau ci-dessus nous indique les limites de tolérance qu'on doit respecter selon les normes internationales [1].

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
Limites de tolérance	±0.25	±0.15	±0.10	±0.50	±0.15	±0.05	±0.12	±0.07	±0.05

Tableau 1 : Limites de tolérance des écarts entre perle et pastille

### a. Tableaux des résultats :

Le tableau des résultats d'analyse de la perle :

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
Cru 1	12.63	3.516	1.858	43.79	0.7776	0,02409	0,01921	0,3733	0,06643
Cru 2	12,7	3,542	1,933	44,12	0,7859	0,02343	0,01842	0,3737	0,06949
Cru 3	12,51	3,465	1,954	43,83	0,782	0,02308	0,01856	0,3661	0,06642

Tableau 2 : Résultats des analyses des perles, en pourcentage massique

On calcule alors les écarts entre les perles et les pastilles. On obtient les résultats suivants en pourcentage massique:

	Cru 1								
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
85s	0.19	0.046	0.058	-0.48	-0.0424	-0.00391	-0.0298	-0.0167	-0.03557
90s	0.24	0.046	0.048	-0.52	-0.0424	-0.00391	-0.0288	-0.0167	-0.03457
95s	0.12	0.066	0.048	-0.36	-0.0424	-0.00391	-0.0418	-0.0167	-0.03757
100s	0.16	0.056	0.048	-0.49	-0.0324	-0.00391	-0.0318	-0.0167	-0.03357
105s	0.13	0.056	0.048	-0.33	-0.0324	-0.00391	-0.0328	-0.0167	-0.03557
110s	0.08	0.076	0.048	-0.30	-0.0424	-0.00391	-0.0298	-0.0167	-0.03657
115s	0.09	0.066	0.058	-0.24	-0.0324	-0.00391	-0.0278	-0.0167	-0.03457
120s	0.01	0.086	0.058	-0.28	-0.0424	-0.00391	-0.0468	-0.0167	-0.03257

Tableau 3 : Résultats des analyses du cru 1



	Cru 2								
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
85s	0.41	0.112	0.093	0.41	-0.0241	0.04149	-0.03258	-0.0163	-0.02851
90s	0.44	0.102	0.083	0.44	-0.0241	0.04149	-0.02958	-0.0163	-0.02951
95s	0.37	0.132	0.093	0.37	-0.0241	0.04149	-0.02858	-0.0063	-0.02951
100s	0.4	0.122	0.093	0.40	-0.0241	0.04149	-0.02758	-0.0163	-0.02851
105s	0.26	0.142	0.093	0.26	-0.0241	0.04149	-0.02858	-0.0163	-0.02951
110s	0.28	0.132	0.083	0.28	-0.0241	0.04149	-0.02958	-0.0163	-0.02951
115s	0.22	0.142	0.093	0.22	-0.0241	0.04149	-0.02858	-0.0063	-0.03051
120s	0.16	0.142	0.083	0.16	-0.0241	0.04149	-0.02658	-0.0163	-0.02851

Tableau 4 : Résultats des analyses du cru 2

	Cru 3								
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
85s	0.37	0.065	0.074	-0.45	-0.028	-0.00492	-0.02344	-0.0139	-0.03158
90s	0.39	0.075	0.084	-0.17	-0.018	-0.00492	-0.02444	-0.0139	-0.03058
95s	0.34	0.065	0.074	-0.46	-0.028	-0.00492	-0.02544	-0.0139	-0.02958
100s	0.31	0.065	0.074	-0.45	-0.028	-0.00492	-0.02744	-0.0139	-0.03158
105s	0.06	0.085	0.074	-0.33	-0.028	-0.00492	-0.03844	-0.0139	-0.03158
110s	-0.01	0.075	0.064	-0.39	-0.028	-0.00492	-0.03244	-0.0139	-0.03158
115s	0.13	0.095	0.064	-0.28	-0.028	-0.00492	-0.02544	-0.0139	-0.03058
120s	0.05	0.085	0.074	-0.28	-0.028	-0.00492	-0.02544	-0.0139	-0.03158

Tableau 5 : Résultats des analyses du cru 3

b. Diagrammes

On crée des diagrammes des écarts en fonction du temps de broyage

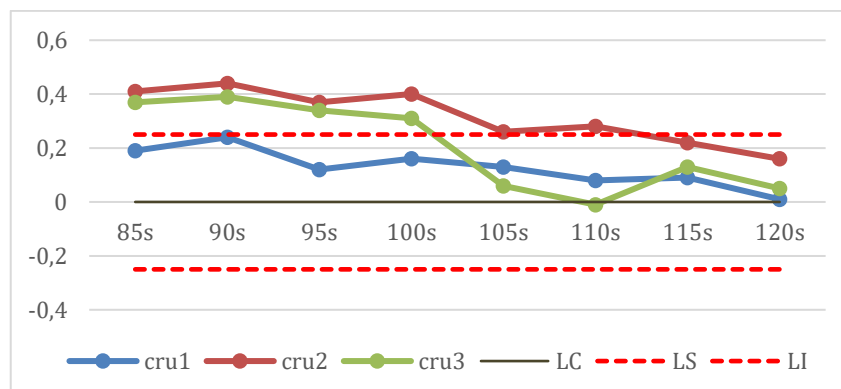


Figure 11 : Carte de contrôle de SiO<sub>2</sub> des échantillons du cru

On voit que les courbes de silice sortent des limites entre 85 et 105s, cela indique qu'on a besoin d'augmenter le temps de broyage (figure11).



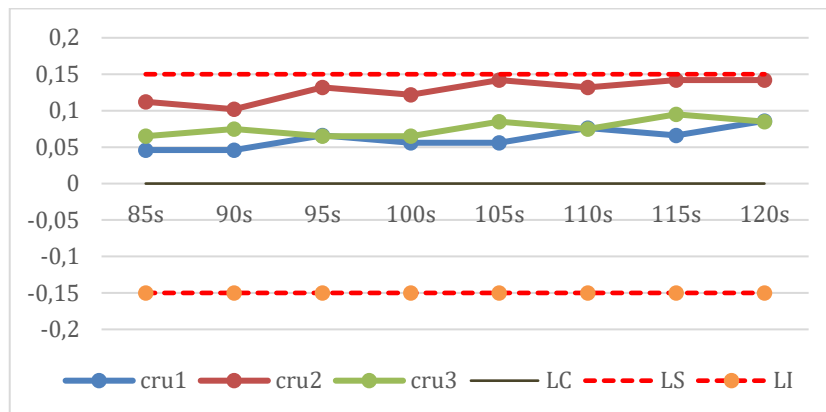


Figure 12 : Carte de contrôle de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> des échantillons du cru

On voit que le temps de broyage n'a aucun impact sur les résultats de l'alumine (figure12).

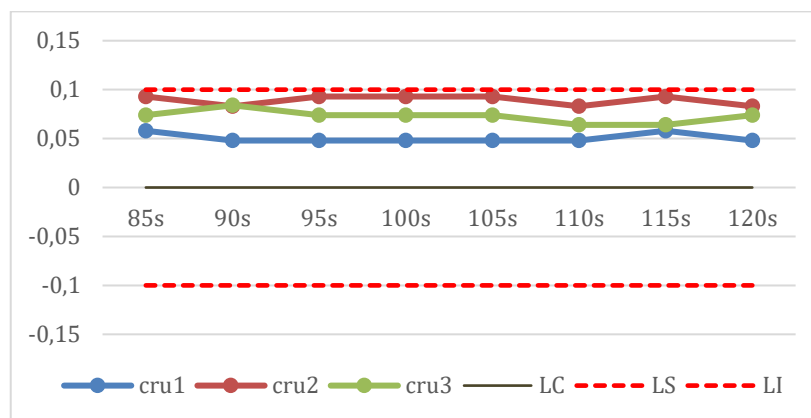


Figure 13 : Carte de contrôle de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> des échantillons du cru

Comme l'alumine, on voit que le temps de broyage n'a aucun impact sur les résultats de ferrite (figure13).

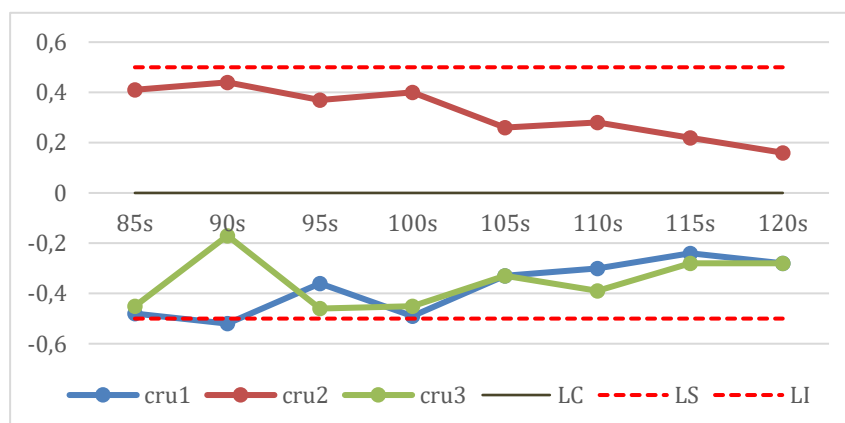


Figure 14 : Carte de contrôle de CaO des échantillons du cru

Pour la chaud, l'écart est plus proche du 0 quand le temps de broyage est entre 115 et 120s (figure14).

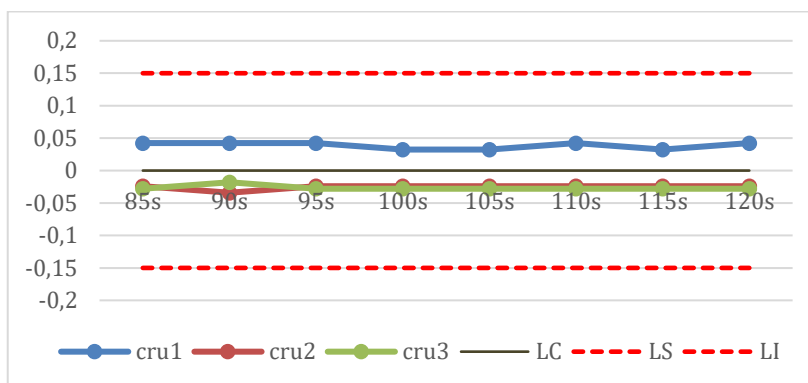


Figure 15 : Carte de contrôle de MgO des échantillons du cru

Pour MgO et P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, le temps de broyage n'a aucun impact sur les résultats (figure15 et 16).

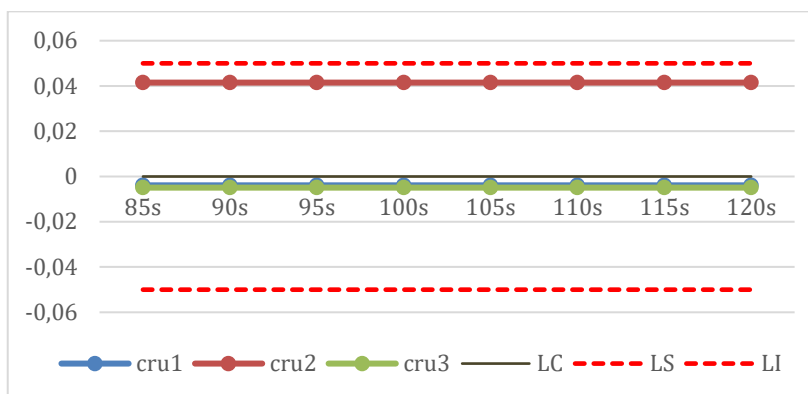


Figure 16 : Carte de contrôle de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> des échantillons du cru

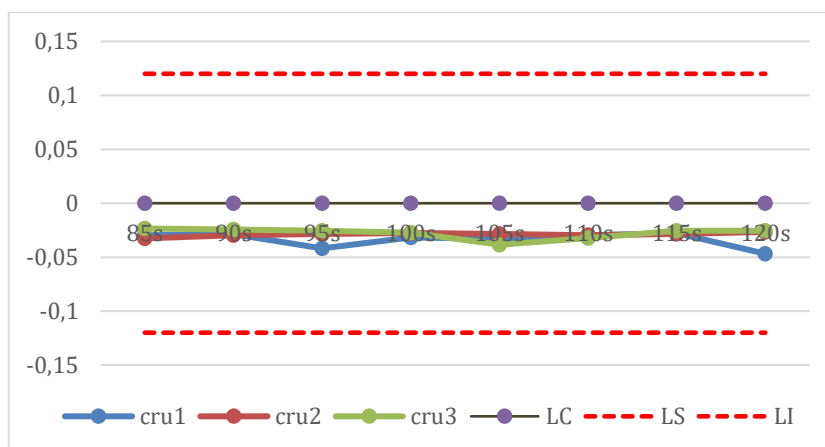


Figure 17 : Carte de contrôle de SO<sub>3</sub> des échantillons du cru

Pour SO<sub>3</sub> aussi, le temps de broyage n'a aucun impact sur les résultats (figure17).

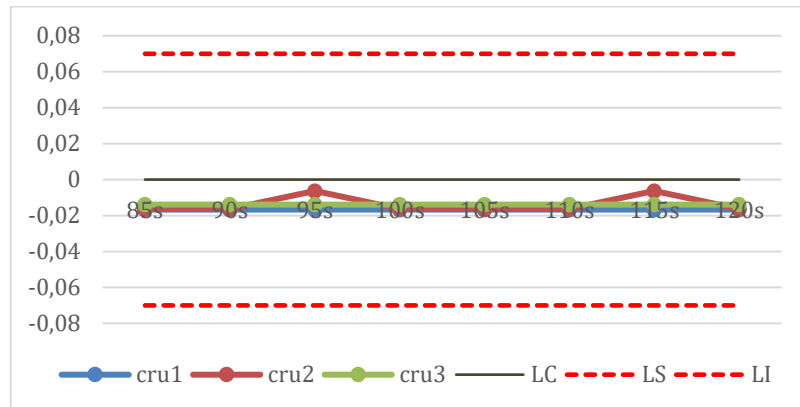


Figure 18 : Carte de contrôle de  $K_2O$  des échantillons du cru

Même chose pour  $K_2O$  et  $Na_2O$ , le temps de broyage n'a aucun impact sur les résultats (figure 18 et 19).

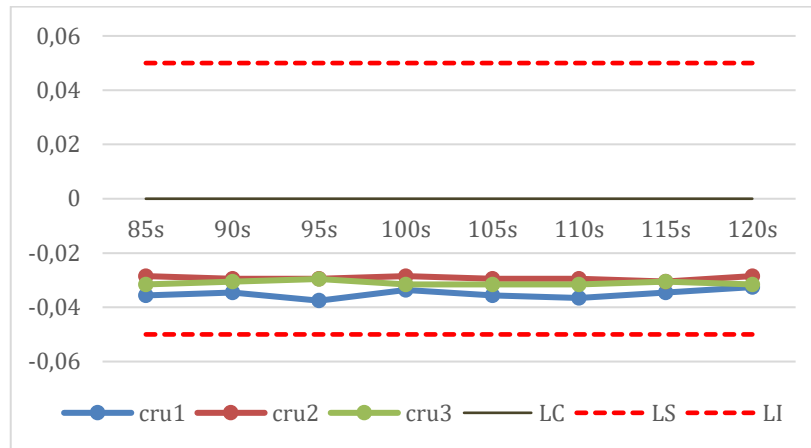


Figure 19 : Carte de contrôle de  $Na_2O$  des échantillons du cru

## 2. Clinker

### a. Tableaux des résultats

Le tableau des résultats d'analyse de la perle :

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
Clinker 1	20,79	5,544	3,115	66,49	1,201	0,04169	1,328	0,6358	0,1315
Clinker 2	20,98	5,54	3,1	65,73	1,2275	0,04377	1,7935	0,75105	0,1514
Clinker 3	20,905	5,51	3,1	66,225	1,189	0,04100	1,555	0,6935	0,11445

Tableau 6 : Résultats des analyses des perles de Clinker en pourcentage massique

On calcule alors les écarts entre les perles et les pastilles. On obtient les résultats suivants en pourcentage massique:

Clinker 1									
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
70s	0,07	0,094	0,015	0,33	-0,049	-0,00831	-0,032	0,0058	-0,0385
75s	0,12	0,094	0,025	0,37	-0,049	-0,00831	-0,042	0,0058	-0,0385
80s	-0,03	0,074	0,005	0,15	-0,049	-0,00831	-0,022	0,0058	-0,0385
85s	0,12	0,094	0,015	0,33	-0,039	-0,00831	-0,022	0,0058	-0,0385
90s	0,03	0,084	0,025	0,38	-0,049	-0,00831	-0,022	0,0058	-0,0385
95s	0	0,064	-0,005	0,18	-0,059	-0,00831	-0,022	0,0058	-0,0385
100s	0,03	0,064	0,015	0,29	-0,049	-0,00831	-0,022	0,0158	-0,0385
105s	0,09	0,094	0,015	0,28	-0,049	-0,00831	-0,022	0,0058	-0,0485

Tableau 7 : Résultats des analyses de clinker 1

Clinker 2									
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
70s	0,09	0,09	0	0,19	-0,0325	-0,00623	-0,0565	0,00105	-0,0286
75s	0,08	0,09	0,02	0,31	-0,0225	-0,00623	-0,0465	0,00105	-0,0286
80s	0,11	0,1	0,02	0,34	-0,0225	-0,00623	-0,0665	-0,009	-0,0286
85s	0,13	0,08	0,02	0,25	-0,0325	-0,00623	-0,0465	0,00105	-0,0286
90s	0,17	0,1	0,02	0,32	-0,0225	-0,00623	-0,0465	0,00105	-0,0286
95s	0,04	0,06	0,01	0,14	-0,0425	-0,00623	-0,0365	0,00105	-0,0286
100s	0,05	0,08	0,01	0,21	-0,0325	-0,00623	-0,0165	0,00105	-0,0286
105s	0,06	0,06	0,02	0,32	-0,0325	-0,00623	-0,0165	0,01105	-0,0286

Tableau 8 : Résultats des analyses de clinker 2

Clinker 3									
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
70s	0,115	0,11	0,01	0,405	-0,041	-0,009	-0,0245	-0,0065	-0,06555
75s	-0,095	0,11	-0,01	0,345	0,041	-0,009	-0,0245	-0,0065	-0,06555
80s	-0,075	0,1	0,01	0,435	-0,041	-0,009	-0,0145	0,0035	-0,06555
85s	-0,085	0,11	0,01	0,425	-0,041	-0,009	-0,0045	0,0035	-0,06555
90s	-0,075	0,11	0,01	0,305	-0,041	-0,009	-0,0045	0,0035	-0,06555
95s	-0,155	0,1	0	0,355	-0,041	-0,009	0,0055	0,0035	-0,06555
100s	-0,245	0,07	0	0,325	-0,051	-0,009	-0,0245	0,0135	-0,05555
105s	-0,245	0,05	-0,01	0,105	-0,061	-0,009	0,0055	0,0035	-0,06555

Tableau 9 : Résultats des analyses de clinker 3

### b. Diagrammes

Même chose pour les échantillons de clinker, on crée des diagrammes des écarts entre perle et pastille en fonction du temps de broyage.

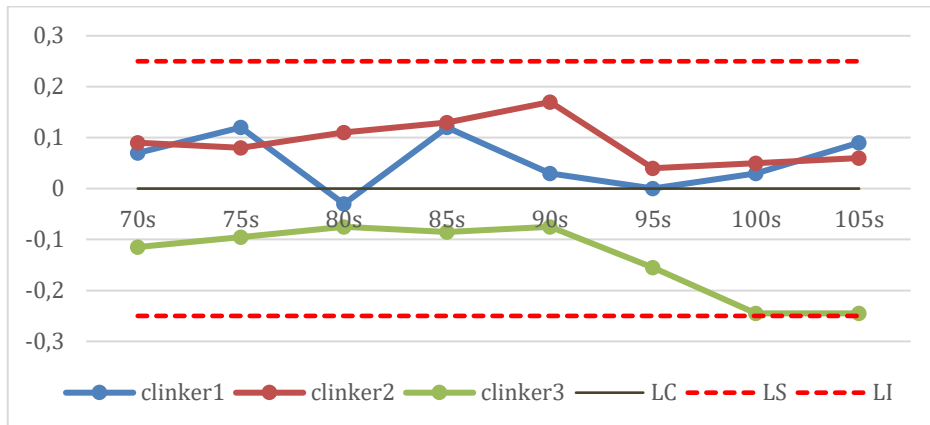


Figure 20 : Carte de contrôle de SiO<sub>2</sub> des échantillons de clinker

Pour la silice du clinker, 75s paraît être le temps de broyage dont l'écart est plus proche du 0, donc le plus optimale (figure20).



Figure 21 : Carte de contrôle de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> des échantillons de clinker

Pour l'alumine et la ferrite, on voit que le temps de broyage n'a aucun impact sur les résultats (figure 21 et 22).

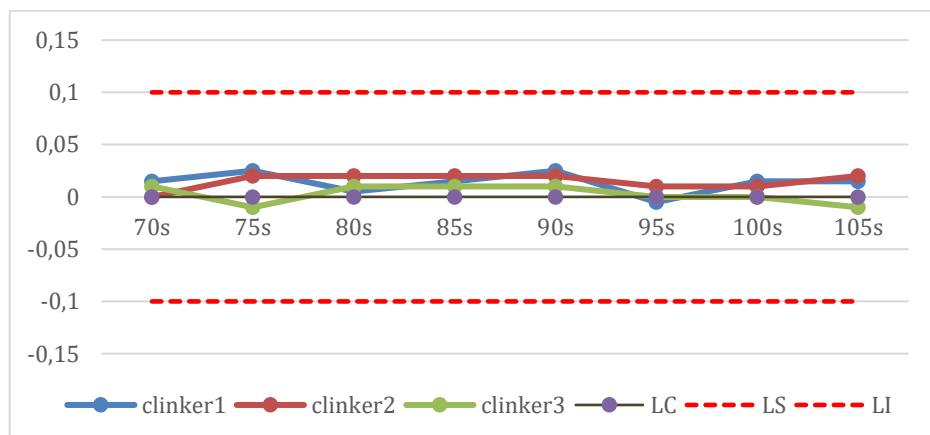
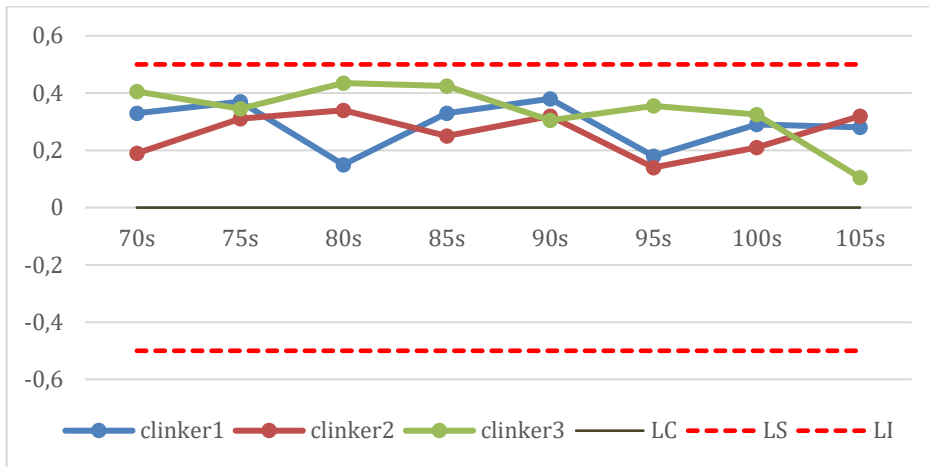
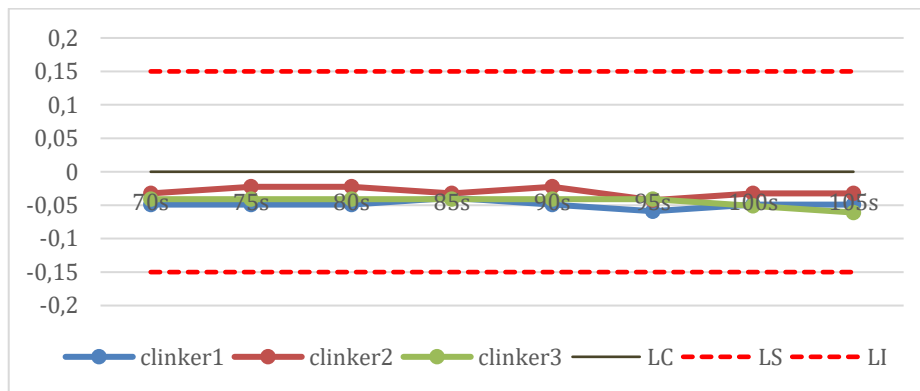


Figure 22 : Carte de contrôle de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> des échantillons de clinker



**Figure 23 : Carte de contrôle de CaO des échantillons de clinker**

Pour la chaud, l'écart est plus proche du 0 quand le temps du broyage est entre 95s et 105s (figure23).



**Figure 24 : Carte de contrôle de MgO des échantillons de clinker**

Le temps de broyage n'a pas d'impact sur MgO et P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (figure 24 et 25).



**Figure 25 : Carte de contrôle de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> des échantillons de clinker**

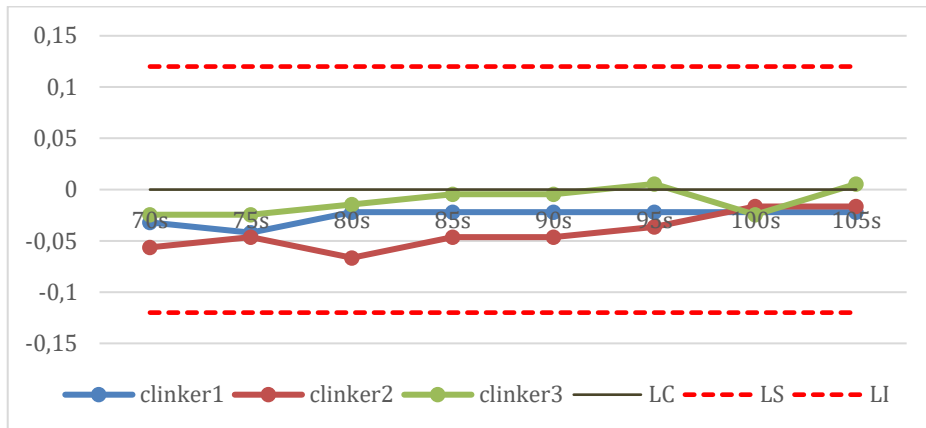


Figure 26 : Carte de contrôle de SO<sub>3</sub> des échantillons de clinker

Pour SO<sub>3</sub> l'écart le plus proche du 0 est celui dont le temps du broyage est de 100s (figure26).

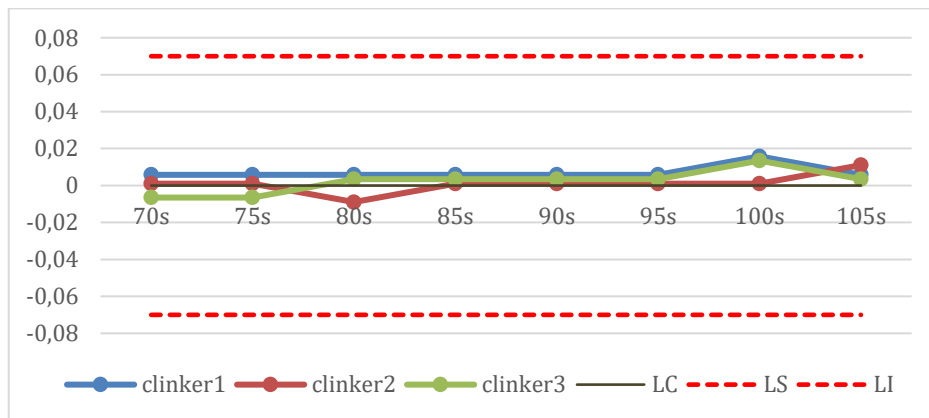


Figure 27 : Carte de contrôle de K<sub>2</sub>O des échantillons de clinker

Même chose pour K<sub>2</sub>O et Na<sub>2</sub>O, le temps de broyage n'a aucun impact sur les résultats (figure 27 et 28).

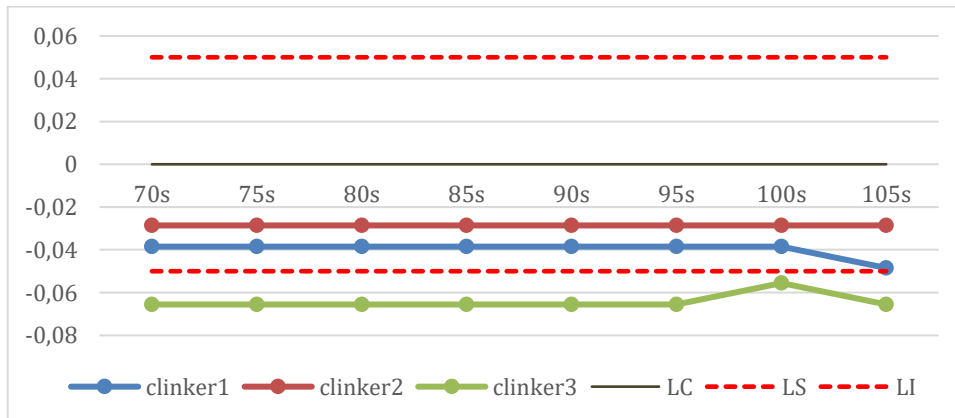


Figure 28 : Carte de contrôle de Na<sub>2</sub>O des échantillons de clinker

## Conclusion

Au cours de la période de stage de fin d'étude, j'ai eu l'opportunité de mettre en œuvre les connaissances acquises durant mes études à la faculté des sciences et techniques de Fès.

Notre travail avait comme objectif de trouver le temps de broyage convenable, pour que les résultats des analyses XRF des pastilles soient compatibles avec ceux des perles.

Nous avons présenté les résultats sous forme de diagrammes des écarts entre pastilles et perles en fonction du temps de broyage.

D'après ce travail, toutes les analyses ont montré que :

- Le temps de broyage impact les résultats d'analyse de silice le plus. La qualité de mesure XRF augmente en augmentant le temps de broyage.
- Le temps de broyage le plus optimal pour le cru varie entre 110s et 120s et entre 95s et 105s pour le clinker.
- Les comprimés Herzog font coller la matière sur les disques du broyeur, pour cela on doit l'essuyer à chaque utilisation.
- $Al_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $P_2O_5$ ,  $K_2O$ ,  $Na_2O$ , et  $SO_3$  ne sont pas affectés par l'augmentation du temps de broyage.
- L'augmentation du temps de broyage nous donne des résultats similaires à ceux des perles, donc, on peut remplacer les comprimés Polysius par les comprimés Herzog.



## La bibliographie

- [1] : Le site web [http : //www.lafarge.com](http://www.lafarge.com) et d'autres documents fourni par notre encadrant
- [2] : **BENZINEB MERYEM** « Optimisation du ratio ciment/clinker(C/K) » Mémoire de master en génie des matériaux et des procédés, université Sidi Mohammed Ben Abdellah, Maroc, 17 juin 2017, P.6.
- [3] : **GHERMAOUI Amina** « Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de Béni-saf sans ou avec ajout de pouzzolane »Mémoire de master en chimie option Chimie physique et analytique, université Abou-Bakr Belkaïd, 29 juin 2015, P.15-30.
- [4] : **Mohammed Amine Benhadda** « La durabilité du mortier à base de ciment de Béni-Saf vis-à-vis de milieux basiques NaOH et NH<sub>4</sub>OH », Diplôme d'ingénieur d'état en chimie industrielle, Génie des procédés, Université Abou-Bakr Belkaïd, 2011/2012, P.2-21.
- [5] : **KHAZZAR Mohamed** « ETUDE ET MAINTENANCE DU BROYEUR A BOULETS DE L'A.C.C HAMMAM DALAA - M'SILA » Mémoire de master en génie mécanique option productique, université Mohamed Boudiaf, M'sila, 2015/2016 P.11.
- [6] : **Ben inak Chouaib Amine** « processus de fabrication du ciment, et gestion des poussières » ; Mémoire fin étude, Université Badji Mokhtar Annaba, 2014.
- [7] : **DAHOU Fatma Zohra** « L'influence de la surface spécifique du Blaine sur le ciment » Rapport de soutenance En vue de l'obtention du diplôme de Licence Professionnalisant en Génie de la formulation faculté des sciences, université de bouira, 2017/2018.
- [8] : Le site web [www.bruker-axs.com](http://www.bruker-axs.com)