

INTRODUCTION .....	7
CHAPITRE 1 :ORGANISME D’ACCUEIL LORS DU STAGE.....	9
I. ITALCEMENTI GROUP .....	10
II. CEMENTS DU MAROC (CIMAR) .....	10
II.1. Site de Safi .....	11
II.2. Site de Marrakech .....	11
II.3. Site d’Agadir (Aït Baha) .....	11
II.3.1. Situation de l’usine Imi Mqorn .....	12
II.3.2- Organigramme de l’usine .....	13
CHAPITRE 2 :PROCEDE DE FABRICATION DU CIMENT .....	14
INTRODUCTION .....	15
I. EXTRACTION DE LA MATIERE PREMIERE : .....	15
II. CONCASSAGE ET PREPARATION DE LA MATIERE PREMIERE : .....	15
III. STOCKAGE ET PRE-HOMOGENEISATION : .....	15
III.1. Broyage de la matière première .....	16
III.2. Homogénéisation .....	16
III.3. Cuisson .....	16
III.4. Tour de préchauffage .....	17
III.5. Four rotatif .....	17
III.6. Refroidissement de clinker .....	18
III.7. Stockage du clinker.....	18
III.8. Broyage à ciment .....	19
III.9. Ensachage et expédition .....	19
III.9.1. Ensachage.....	19
III.9.2. Expédition .....	19
IV. Schéma récapitulatif des principales étapes de la fabrication du ciment .....	20
CHAPITRE 3 :ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....	21
I. HISTOIRE DE CIMENT. ....	22
II. MATIERE PREMIERE POUR LA FABRICATION DU CIMENT.....	22
III. NOTATION CIMENTIERES .....	24
IV. MECANISME DE FORMATION DU CLINKER.....	24
IV.1. Déshydratation des minéraux argileux .....	24

IV.2. Décomposition du carbonate de calcium et de magnésium.....	25
IV.3. Réaction entre solides.....	25
IV.4. Réactions en présence de matière fondue.....	26
IV.5. Modules chimiques.....	27
V. CONSTITUANTS MINÉRALOGIQUES DU CLINKER .....	28
VI. DESCRIPTION DU MÉCANISME DE L'HYDRATATION DU CIMENT .....	29
VI.1. Hydratation des silicates.....	29
VI.2. Hydratation des aluminates .....	30
VI.2.1. Formation d'ettringite.....	31
VI.2.2. Transformation de l'ettringite en monosulfate de calcium hydraté.....	31
VI.2.3. Hydratation des aluminates résiduels .....	31
CHAPITRE 4 :LA MODELISATION .....	32
INTRODUCTION : .....	33
I. LA RÉGRESSION LINÉAIRE MULTIPLE .....	33
I.1. Test d'existence d'une pente .....	34
I.2. Test de significativité des facteurs .....	36
I.3. L'examine des résidus .....	36
II. LA BASE DE DONNEES .....	36
II. 1 Conformité aux exigences de la norme.....	36
III. LA MODELISATION.....	37
III.1. Test de significativité des facteurs.....	37
III.2. Les statistiques de la régression.....	38
III.3. Les coefficients de modèle .....	38
III.4. Test sur les résidus .....	39
III.5. La vérification pour les trois mois de 2015 .....	40
CONCLUSION GENERAL .....	41
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	42
ANNEXES :.....	43

**Liste des figures :**

Figure 1 : Ciments du Maroc (Site d'Anza, Agadir) .....	10
Figure 2 : Ciments du Maroc (Site Imi Mqorn-Aït Baha) .....	12
Figure 3 : Localisation de l'usine Imi Mqorn.....	13
Figure 4 : Organigramme de l'usine d'ait Baha.....	13
Figure 5 : Halls de stockage de la matière première.....	15
Figure 6 : Système d'homogénéisation de la farine crue.....	16
Figure 7 : Ligne de cuisson détaillée Figure.....	17
Figure 8 : Ligne de cuisson et ses composants.....	18
Figure 9: Dôme de stockage du clinker.....	19
Figure 10 : Schéma récapitulatif des principales étapes dans la fabrication du ciment.....	20
Figure 11 : Matière premières constituent le ciment.....	23
Figure 12 : Description des étapes de cuisson de four.....	26
Figure 13 : Schéma d'un modèle de l'hydratation initiale du $C_3S$ .....	30
Figure 14 : Les résultats donnés par Minitab pour l'étude des résidus pour cpj 45.....	39
Figure 15 : L'histogramme des résidus.....	40
Figure 16 : Le graphe des résidus d'estimation pour les trois premier mois de 2015.....	40

**Annexe :**

Figure I.1 : Appareil à perméabilité Blaine .....	46
Figure I.2 : Equipement pour début et fin de prise.....	49
Figure I.3 : Equipement nécessaire pour la résistance.....	50
Figure I.4 : les appareils utilisés pour les essais de résistances .....	53

## **Liste des tableaux :**

Tableau 1 : Cumul des ventes nationales en milliers de tonnes.....	11
Tableau 2 : Composition de quelques types de la matière première .....	23
Tableau 3 : Nomenclature utilisée dans l'industrie du ciment.....	24
Tableau 4 : Valeur de MS et son effet sur la cuisson des matières au four .....	27
Tableau 5 : La nature de la phase fondue selon MAF.....	28
Tableau 6 : Tableau d'ANOVA.....	35
Tableau 7 : La conformité de la base de données de cpj45 avec la norme.....	37
Tableau 8 : tableau d'ANOVA pour le modèle .....	37
Tableau 9 : Statistiques de la régression.....	38
Tableau 10 : Les coefficients du modèle est ses caractéristiques.....	38

## **Annexes :**

Tableau I.1 : Le tableau de comparaison entre les résistances estimées est réel.....	53
--	----

## Introduction

Depuis la nuit des temps, besoin de s'abriter, du soleil comme de la pluie, l'homme a toujours voulu construire son logement. Après les cavernes, les pierres et l'argile sont devenus des matériaux de construction par excellence.

De nos jours la population est en perpétuelle expansion, ainsi les constructions en béton sont devenues de plus en plus envahissantes. Mais sans ciment, il n'y aurait plus d'aéroports, plus de ponts, plus de routes...plus rien !

Le ciment est le matériau le plus utilisé dans la vie quotidienne. Cependant son emploi, exige des contraintes de sécurité, de fiabilité et surtout de qualité.

L'activité cimentière est une activité structurée et répartie sur l'ensemble du territoire national. La libéralisation du secteur ainsi que les investissements réalisés durant les années quatre-vingt-dix ont permis au Maroc de faire face aux besoins du marché qui atteignait, par le passé, le tiers de la consommation nationale. C'est également à cette époque que l'industrie cimentière marocaine a renforcé sa mise à niveau.

Ciments du Maroc est le deuxième cimentier au Maroc et le premier opérateur dans le Béton Prêt à l'emploi et les granulats à travers sa filiale Betomar. Le dispositif industriel du ciment comprend de trois usines (Ait Baha, Safi et Marrakech), un centre de broyage (Laâyoune) et un centre d'ensachage (JorfLasfar).

Le laboratoire de la cimenterie garantit l'excellence du produit final. Le contrôle de la qualité du ciment intervient dans toutes les étapes de sa fabrication. Des analyses chimiques et des essais physiques sur le ciment sont réalisés par des techniciens spécialisés avec tous les équipements et les appareils de mesure exigés par les normes Marocaines.

C'est dans ce contexte que se situe le présent travail. Nous nous sommes intéressés essentiellement à la modélisation de la résistance à la compression de ciment CPJ 45 à 28 jours. L'estimation est basée sur les analyses effectuées sur le produit fini.

Pour atteindre notre objectif, nous allons suivre la démarche suivante :

**Le premier chapitre** : est destiné à la description de la structure d'accueil, usine d'Ait Baha ;

**Le deuxième chapitre** : est consacré à la présentation du procédé de fabrication du ciment ;

**Le troisième chapitre** : présente une étude bibliographique sur le clinker et l'hydratation du ciment ;

**Le quatrième chapitre** : est destiné à l'instrumentation et l'appareillage pour les résistances et modes opératoires

**Le cinquième chapitre** : est consacré à la modélisation de la résistance à la compression du ciment à 28 jours et l'application de notre modèle sur les trois premiers mois de l'année 2015

# Chapitre 1 :

## Organisme d'accueil lors du stage

## I. Italcementi group

Un groupe international, premier cimentier du bassin méditerranéen et un des tous premiers acteurs mondiaux dans les matériaux de construction, Italcementi Group est né du rapprochement de deux sociétés dont l'expérience cimentière remonte à plus d'un siècle : Italcementi, fondée en 1864 et Ciments Français en 1881.

Italcementi Group est aujourd'hui présent dans 22 pays, répartis sur 4 continents, emploie plus de 19000 personnes et exerce son activité dans trois métiers de proximité : le ciment, les granulats et le béton prêt à l'emploi. Le dispositif du groupe compte plus de 60 cimenteries, 547 centrales à béton et près de 154 carrières de granulats.

Le savoir-faire et les compétences spécifiques du Groupe sont concentrés dans le centre technique groupe à Bergamo en Italie, où chercheurs et techniciens étudient de nouveaux matériaux à base de ciment. [1]

## II. Ciments du Maroc (CIMAR)

Ciments du Maroc est un opérateur majeur du secteur cimentier marocain. La première cimenterie du groupe a été créée en 1951 à Agadir (Figure 1), avec une capacité de 60 000 tonnes par an.

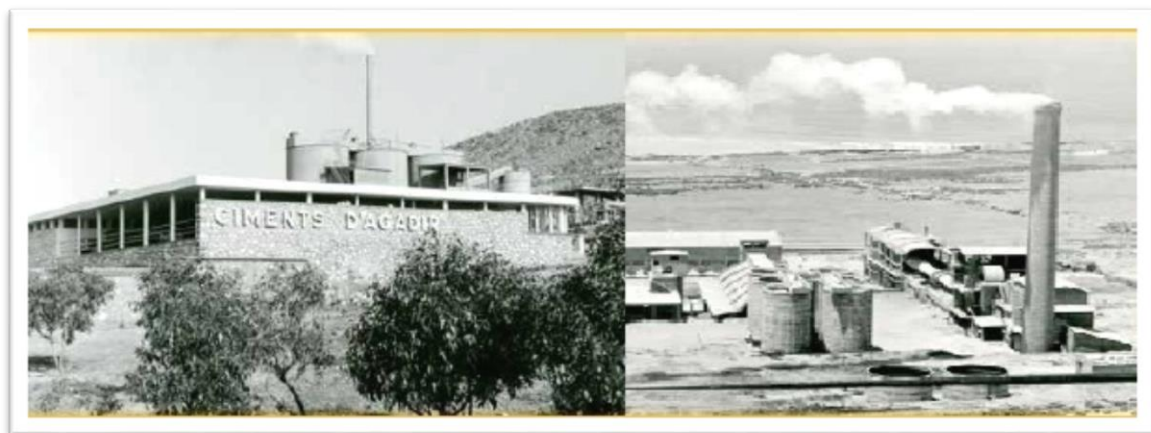


Figure 1 : Ciments du Maroc (Site d'Anza, Agadir)

Le dispositif industriel de Ciments du Maroc est constitué actuellement de 3 usines à Agadir (Aït Baha), Safi et Marrakech, d'un centre de broyage à Laâyoune, d'un centre d'ensachage au port de Jorf Lasfar, de 4 carrières de granulats et de 26 centrales à béton implantées dans les principales villes du pays. Ainsi, Ciments du Maroc est le 2ème cimentier au Maroc par le volume des ventes et le premier opérateur dans le béton prêt à l'emploi et les granulats à travers sa filiale Bétomar. En termes d'activité, pour l'année 2010, le groupe a vendu près de 3,5 millions de tonnes de ciment ce qui représente un chiffre d'affaires qui dépasse les 3,5 milliards de dirhams. [1]



Tableau 1 : Cumul des ventes nationales en milliers de tonnes

Année	2010	2011	2012	2013	2014
Cumul des ventes nationales en MT	3364	3751	4566	3617	3502

Aujourd'hui, Ciments du Maroc compte près de 1000 salariés et son activité génère un grand nombre d'emplois indirects aux alentours de ses implantations.

### II.1. Site de Safi

Les travaux de construction de cette cimenterie ont débuté en 1990 et le démarrage de sa production s'est effectué en 1993. La réalisation de cette unité a permis à Ciments du Maroc d'augmenter sa part de marché et de s'affirmer comme un grand opérateur national. Sa capacité de production de clinker actuelle est de 750 000 T pour une production de ciment de 1 000 000T. [1]

### II.2. Site de Marrakech

L'usine de Marrakech a été acquise et intégrée à Ciments du Maroc en 1999. Elle a fait l'objet d'un grand programme de mise à niveau. La capacité de production de clinker actuelle est de 1 000 000 T pour une production de ciment de 1 450 000 T. [1]

### II.3. Site d'Agadir (Aït Baha)

Le site d'Aït Baha (Figure2) mise en service en juillet 2010, l'usine d'Aït Baha est l'une des cimenteries les plus modernes dans le monde. Elle a bénéficié des technologies les plus avancées en matière de protection de l'environnement et d'économie de l'énergie et de l'eau. D'une capacité de production de 2,2 millions de tonnes de ciment, facilement extensible au double, ce site est destiné à couvrir les besoins en ciment de la région Souss-Massa-Drâa et de tout le grand sud marocain. [1]



Figure 2 : Ciments du Maroc (Site Imi Mqorn-Aït Baha)

L'usine est composée d'une ligne de cuisson de 5 000 t/j (le plus grand four actuellement au Maroc) et d'un broyeur à cru du constructeur danois FLSMIDTH, de deux broyeurs à ciment verticaux (BC1 et BC2) du constructeur allemand LOESCHE, d'un atelier d'ensachage et de chargement mécanisé de haute performance (8000 t/j) et d'un atelier de palettisation. Les technologies déployées dans cette usine lui confèrent des performances énergétiques et environnementales les plus économiques.

Il est à signaler que c'est une des rares usines au monde à être dotée d'une technologie de cogénération consistant en la production d'électricité à partir de la chaleur résiduelle des gaz de four traditionnellement rejetés dans l'atmosphère. [2]

### II.3.1. Situation de l'usine Imi Mqorn

Située au pied de l'Anti Atlas, en amont de la plaine de Chtouka, sur une surface de 100ha adossée à quelques 580 ha supplémentaire en montagne et qui représente le véritable réservoir de calcaire de matériaux silico-alumineux pouvant répondre au besoin de l'usine pour une période de 100ans. L'étude des teneurs en chlore au niveau de ces carrières constitue le thème de mon projet de fin d'études. Les autres matières (Argile, Schistes, Pouzzolane) sont, quant à elle, disponibles sur seulement un rayon de 50 km.

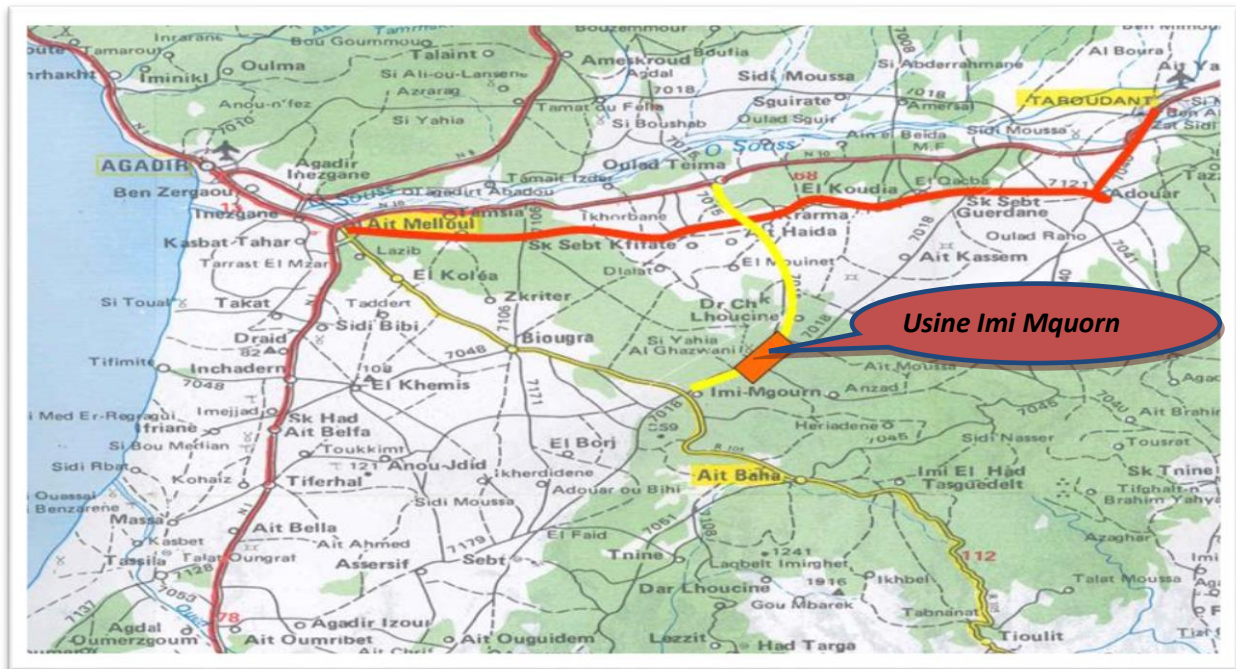


Figure 3 : Localisation de l'usine Imi Mquorn

### II.3.2- Organigramme de l'usine

L'organisation de l'usine d'Agadir est centralisée, ce qui entraîne le contrôle direct du directeur général de l'activité de ses subordonnés immédiats. Quatre départements comptent plusieurs services qui assurent le bon fonctionnement de la société, dont le laboratoire au sein duquel s'est déroulé ce stage. La figure suivante présente l'organigramme de l'usine d'Ait Bha.

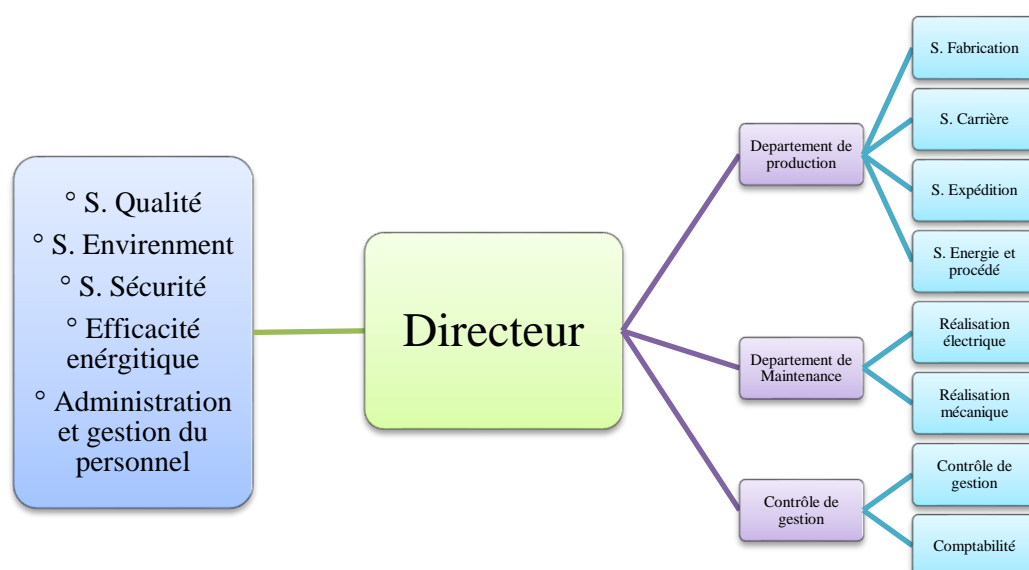


Figure 4 : Organigramme de l'usine d'ait baha

# Chapitre 2 :

# PROCEDE DE

# FABRICATION DU CIMENT

## Introduction

La fabrication du ciment nécessite une grande surveillance et un contrôle permanent, afin d'obtenir un produit avec les spécifications voulues. Les principales étapes fabrication est :

### I. Extraction de la matière première :

La matière première est extraite à partir des carrières. La carrière se compose de plusieurs gradins qui sont exploités à ciel ouvert. Le calcaire cimentier est abattu à l'explosif et acheminé par dumper vers le hall de concassage.

### II. Concassage et préparation de la matière première :

Les matières sont réduits par le concasseur à une taille de 80 mm et acheminées ensuite par des convoyeurs vers les halls de stockage dans la cimenterie. La préparation de la matière première se fait grâce à un concasseur. Il a une capacité de 1500t/h.

### III. Stockage et pré-homogénéisation :

En générale, les matières premières doivent être achetés ou extraites de carrières puis stockées dans des halls (Figure5). Si une des matières venait à manquer, c'est toute la fabrication qui devrait s'arrêter et les dommages financiers seraient très importants. D'où l'importance d'avoir des stocks de ma matière première afin d'éviter un arrêt éventuel et indésirable de la production.

La matière concassée est acheminée par des convoyeurs vers les halls de stockage dans la cimenterie, dont la capacité est de 50.000 tonnes pour le calcaire (25000 pour chaque tas) et 9400 tonnes pour l'argile (4700 pour chaque tas).

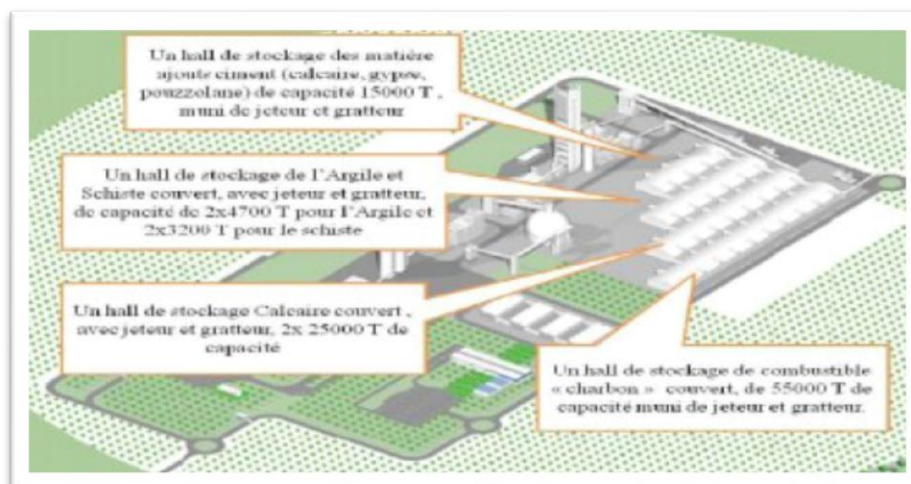


Figure 5 : Halls de stockage de la matière première



### III.1. broyage de la matière première

L'atelier de broyage consiste à broyer finement un mélange des matières premières (calcaire, argile, bauxite/schiste et minerai de fer) préalablement dosés. Le cru est appelé également "farine".

Le calcaire, l'argile et le schiste issus des halls de stockages sont acheminés à l'aide de deux convoyeurs à bande (un pour le calcaire, l'autre pour l'argile et le schiste) vers le bâtiment d'alimentation du broyeur cru d'une capacité de 390t/h. le deuxième atelier est pour le broyage de charbon, il est équipé d'un broyeur vertical de 27t/h.

### III.2. Homogénéisation

La matière broyée « la farine » est homogénéisée par brassage à l'air, c'est un procédé qui permet de mélanger les différents constituants de la farine (figures 6). L'homogénéisation permet d'obtenir un produit de caractéristiques chimiques et physiques uniformes qui autorisent la fabrication d'un clinker de qualité constante. Lorsqu'on verse le cru, de l'air comprimé est propulsé par ces fentes et permet de l'homogénéiser. Le silo est de capacité égale à 11000 T.

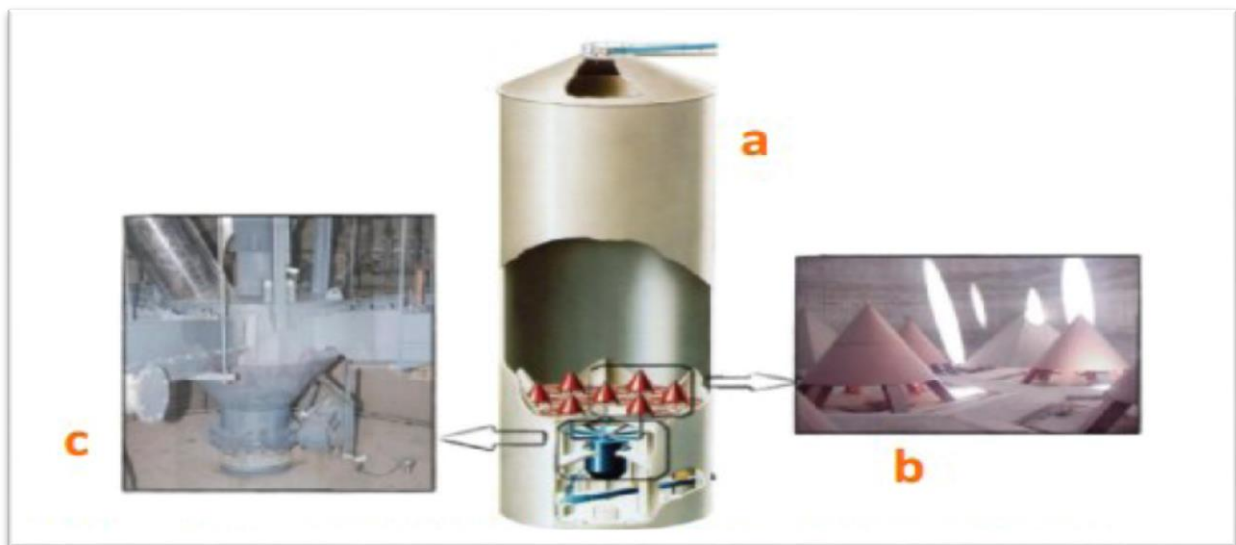


Figure 6 : Système d'homogénéisation de la farine crue (a : Silo d'homogénéisation, b : Fente, c : compresseur d'air).

### III.3. Cuisson

L'usine d'Ait Baha utilise une ligne de cuisson sèche qui peut produire 5000 T/j du clinker. Elle est composée de (figure 7)

- Une tour
- Un four rotatif
- Un refroidisseur

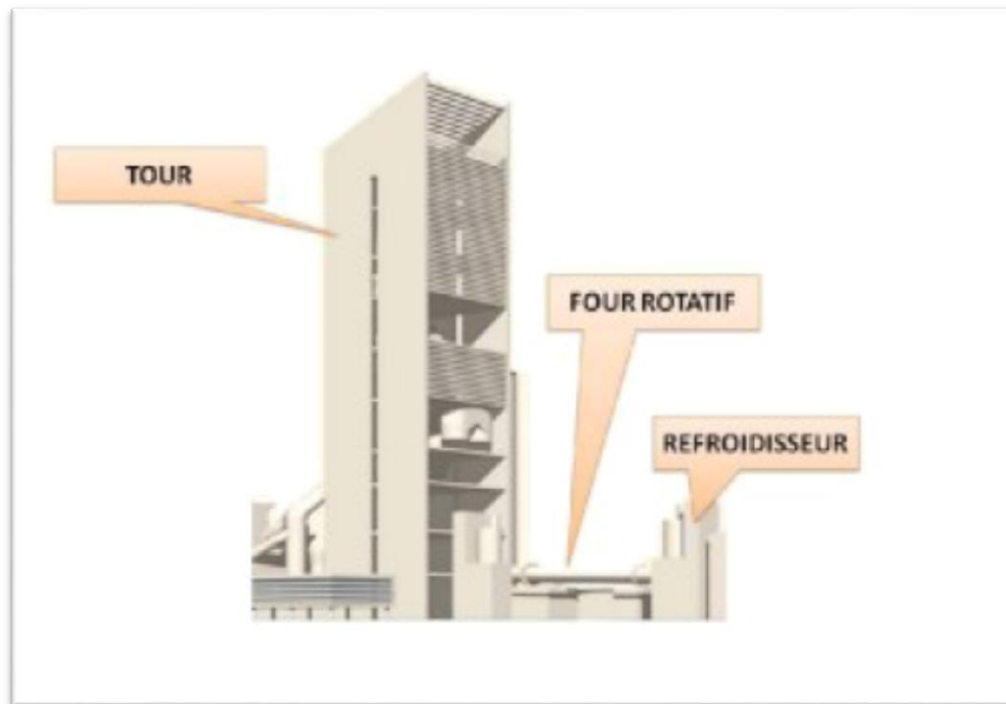


Figure7 : ligne de cuisson détaillée Figure

#### III.4. Tour de préchauffage

La farine est introduite par un élévateur à godets en tête de la tour et par force de gravité, elle circule à contre-courant avec les gaz chauds ascendants tirés par un ventilateur du four le long de la tour effectuent plusieurs boucles dans cinq cyclones (préchauffant le cru à environ 950 °C) montées en série qui servent à déshydrater, chauffer, décarbonater partiellement la matière (Figure 8), et aussi les cinq cyclones récupèrent la poussière contenue dans les gaz.

#### III.5. Four rotatif

A l'extrémité amont du four on introduit la farine (figure 7), la flamme de chauffé étant placée à l'autre extrémité. En contact avec les gaz de plus en plus chauds, la matière subit un certain nombre de transformations qui permettent la formation du clinker. Ce dernier se présente sous forme des petites boulettes noires grâce à la pente du four et à sa vitesse de rotation.

Au cours de cette étape de la cuisson, un ensemble de réactions physico-chimiques conduit à l'obtention du clinker comme la décarbonation des carbonates de calcium qui donne de la chaux vive, ce phénomène progressif constitue la clinkérisation.

### III.6. Refroidissement de clinker

Le clinker produit répartie sur des grilles fixés à la périphérie de l'extrémité du four afin d'assurer la tempe des nodules incandescents et de les ramener à une température d'environ 100 °C.

Après refroidissement le clinker ayant une granulométrie supérieure à 30 mm est concassé dans un concasseur à marteaux puis transféré vers un silo de capacité de 11.000 tonnes au moyen d'un convoyeur métallique à godets.

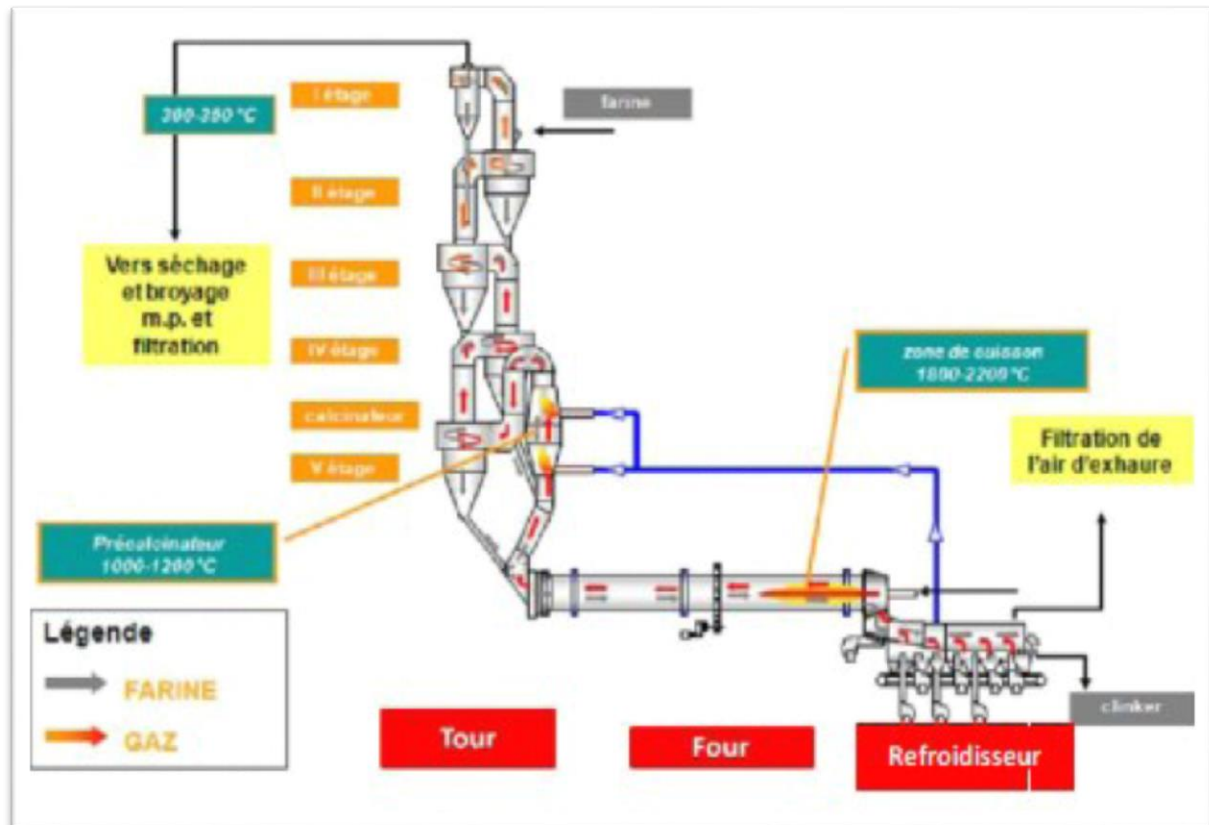


Figure 8 : ligne de cuisson et ses composants

### III.7. Stockage du clinker

Le clinker obtenu ; peut être soit stocké dans le dôme (figure 9), soit directement vendu d'autres usines.

Le dôme est un édifice circulaire de 44 m de hauteur et de 62 m de diamètre dont la fabrication est extrêmement couteuse. Le clinker y est apporté à l'aide d'un convoyeur métallique et y est stocké. Le stockage se fait en trois lignes de plusieurs tas. Le diamètre contient sept tas tandis que les deux cordes secondaires en contiennent cinq. Dans chaque tas se trouvent des bouches d'extraction, qui permet de récupérer le clinker en cas de besoin.





Figure 9: Dôme de stockage du clinker

### III.8. Broyage à ciment

Le broyeur du cuit fait partie de la famille des broyeurs verticaux à galets, avant le broyage du clinker, on ajoute du gypse et d'autres constituants secondaires qui donnent au ciment les propriétés spécifiques correspondant aux différentes qualités.

Les ajouts utilisés sont : le gypse; la pouzzolane; le calcaire.

### III.9. Ensachage et expédition

#### III.9.1. Ensachage

L'ensachage du ciment se fait par fluidisation à l'aide de suppresseurs au niveau des silos de stockage. Le ciment est ensuite transporté par des aéroglesseurs et des élévateurs à godets puis passe par des cribles pour l'élimination des corps étrangers.

#### III.9.2. Expédition

L'expédition des différents types de ciment se fait en sacs de 50 kg et en vrac. Le chargement des camions en sacs se fait à l'aide des robots. L'expédition du ciment en vrac par camion ou wagons citernes se fait directement à partir des silos de stockage.

#### IV. Schéma récapitulatif des principales étapes de la fabrication du ciment

Les principales étapes dans la fabrication du ciment sont résumées dans le schéma de la figure 10.

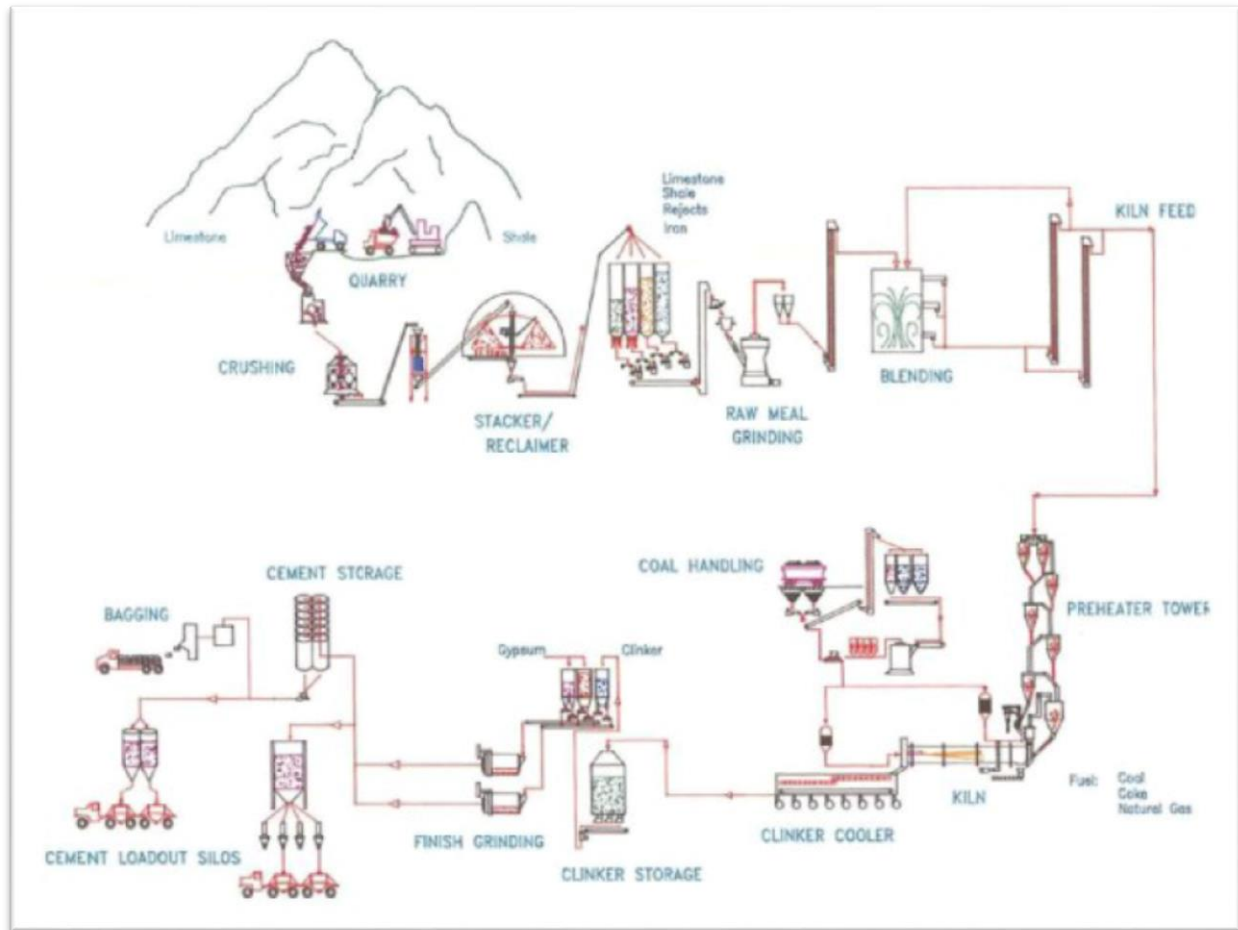


Figure 10 : Schéma récapitulatif des principales étapes dans la fabrication du ciment

# Chapitre 3 :

## Etude bibliographique

Rapport-gratuit.com 

## I. Histoire de ciment.

Les Romains furent sans doute les premières à fabriquer des liants hydrauliques susceptibles de durcir sous l'eau. Pour cela, ils mélangeaient de la chaux et des cendres volcaniques de la région de Pouzzoles. C'est de là qu'est venu le terme bien connu de « pouzzolanique », qui se dit d'un matériau capable, en présence d'eau, de fixer la chaux.

En revanche, cette propriété d'hydraulicité du mélange ainsi constitué est restée totalement inexpliquée jusqu'aux travaux de Louis Vicat qui élabore en 1817 la théorie de l'hydraulicité et fait connaître les résultats de ses recherches.

Il donne des indications précises sur les proportions de calcaire et de silice nécessaires pour constituer le mélange qui, après cuisson à la température convenable et broyage, sera un véritable liant hydraulique fabriqué industriellement : le ciment artificiel. L'industrie du ciment était née. Quelques années plus tard, en 1824, l'Écossais Aspdin donnait le nom de Portland au ciment qu'il fabriquait et qui égalait la pierre de cette région. [3]

## II. Matière première pour la fabrication du ciment

Les matières premières (Figure 11) nécessaires pour la fabrication de ciment sont :

Calcaire: C'est le carbonate de calcium très largement répandue dans la nature. Il existe sous forme de deux variétés cristallines : la Calcite et l'Asogonite, la forme la plus utilisée est la calcite. La dureté du calcaire dépend généralement de son âge géologique, plus les formations géologiques sont anciennes, plus dur sera le calcaire, les variétés les plus pures ont une couleur blanche généralement le calcaire contient des appoints d'argiles, qui ont une influence sur sa couleur. Les principales impuretés rencontrées dans le calcaire sont :  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ...

Argile: Les composants principaux des argiles sont formés de silicates d'alumine hydratée. L'argile présente sous plusieurs couleurs, la plus pure est blanche appelée « KAOLIN » ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $2\text{SiO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ). L'hydroxyde de fer est le principal agent colorant des argiles, là encore on rencontre des impuretés, telle que :  $\text{MgO}$ ,  $\text{SO}_3$ , qui doivent être en quantité très limitée.

La pyrrhotine: C'est un minerai de fer, riche en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , combiné dès le départ de la fabrication du ciment avec la calcaire et argile pour augmenter la teneur en éléments fondants qui facilitent la réaction de clinkérisation.

On peut utiliser plusieurs types de matière première afin d'avoir les compositions de cru désirées

Calcaire, argile, Schiste bauxite, minerais de fer, sable.



Figure 11 : matières premières constituant le ciment ; a)calcaire,b)argile, c)schiste, d)sable, e) minerais de fer

Le tableau suivant donne l'exemple de la composition de la matière première

Tableau 2 : Composition de quelques types de la matière première

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
<b>Calcaire</b>	7.2	1.81	0.59	49.53	0.46	0.00	0.68	0.2	0.1
<b>Argile</b>	29.69	9.94	4.2	24.47	2.53	1.68	1.28	0.11	0.2
<b>Schiste</b>	65.72	15.5	5.91	1.61	1.39	0.02	3.22	0.95	0.00
<b>Sable</b>	67.13	10.54	7.91	4.18	1.28	1.28	0.24	2.65	1.61
<b>Minerais de fer</b>	29.67	4.45	62.07	1.85	5.42	1.41	1.56	0.33	0.00

### III. Notation cimentières

Pour faciliter la désignation des phases cimentières, les scientifiques et les techniciens du ciment utilisent généralement la notation abrégée du tableau suivant :

Tableau 3 : Nomenclature utilisée dans l'industrie du ciment

Composition		Notation
La silice	SiO <sub>2</sub>	S
La chaux	CaO	C
L'alumine	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A
La magnésie	MgO	M
L'eau	H <sub>2</sub> O	H

### IV. Mécanisme de formation du clinker

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

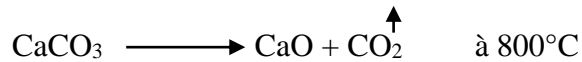
- Déshydratation des minéraux argileux,
- Décomposition des carbonates de magnésium et de calcium,
- Réactions en solution solides,
- Réactions en présence de la phase liquide,
- Le refroidissement.

#### IV.1. Déshydratation des minéraux argileux

Lors de la cuisson du clinker, le chauffage progressif de la matière, dans un domaine de température allant environ 250 °C jusqu'à 900 °C à l'entrée du four, entraîne l'élimination de l'eau absorbée par les minéraux argileux, à quoi succède le processus de déshydratation. L'eau liée chimiquement que contiennent les minéraux argileux et les hydroxydes de fer et d'hydroxyde d'aluminium quittent les réseaux alcalins. La déshydratation des minéraux argileux se produit dans un large domaine de température allant de 250 jusqu'à 1000 °C. [4,5].

## IV.2. Décomposition du carbonate de calcium et de magnésium

Le carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) se décompose lors de son passage dans le four, en oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ ) selon la réaction suivante :

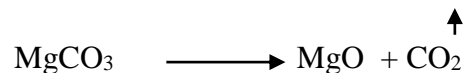


Cette réaction, hétérogène et réversible, est fortement endothermique.

La réaction de décomposition du calcaire se caractérise par le fait qu'elle se produit dans un front de décomposition dans lequel le noyau non décomposé de  $\text{CaCO}_3$  et l'enveloppe de  $\text{CaO}$  qui s'est formé se touchent. Ce front de décomposition se déplace de la périphérie vers le centre à une vitesse déterminée. En même temps, il y a transfert de chaleur de l'extérieur vers le noyau et dégagement de  $\text{CO}_2$ . Cette réaction présente les cinq étapes suivantes :

- Transfert de chaleur du milieu à la surface des particules,
- Conduction de la chaleur à travers la couche déjà décomposée vers la zone de réaction
- Réaction chimique dans la zone de réaction (avec utilisation de la chaleur, dégagement de  $\text{CO}_2$ , germination et recristallisation du  $\text{CaO}$  formé)
- Passage de la matière de la surface des particules vers l'environnement.

Le carbonate de magnésium ( $\text{MgCO}_3$ ) se décompose suivant la réaction :



Cette réaction est beaucoup moins importante pour la cuisson du ciment.

## IV.3. Réaction entre solides

La formation des minéraux du clinker à l'exception de la formation de l'alite ( $\text{CS}$ ) résulte des réactions entre solides. La formation de phase débute avec la déshydratation des minéraux argileux et la décomposition du carbonate de calcium à partir d'une température moyenne des matières d'environ  $550^\circ\text{C}$ . La zone des réactions entre solides est limitée vers le haut par l'apparition de la phase liquide du clinker à environ  $1250^\circ\text{C}$ .

La réaction entre le carbonate de calcium et les composées (la silice, l'alumine et l'oxyde ferrique) commence déjà entre  $550$  et  $600^\circ\text{C}$ . La déshydratation ( $450$  à  $600^\circ\text{C}$ ) et la décomposition ( $700$  à  $1000^\circ\text{C}$ ) des minéraux argileux conduisent à des oxydes très réactifs ou à des combinaisons métastables. La décomposition des minéraux argileux et du  $\text{CaCO}_3$ , ainsi que les nouvelles formations



des phases par réaction à l'état solide se déroulent parallèlement. Il se forme d'abord des composés pauvres en chaux qui lors de l'élévation de la température, se transforme en composé riche en chaux ( $C_3A$ ). [4,5]

#### IV.4. Réactions en présence de matière fondue

A partir de 1250 à 1280 °C d'une température de matière apparaît en cours de cuisson une phase liquide. Le clinker fondu. Entre 1200°C et 1450°C il se produit essentiellement une seule réaction; la formation de  $C_3S$  à partir de  $CaO$  et  $C_2S$ . On peut distinguer dans la formation de l'alite ( $C_3S$ ) les étapes suivantes :

- Dissolution de  $CaO$  et  $C_2S$  dans la matière fondue.
- Diffusion des ions des éléments en réactions, à partir de l'endroit où se fait la dissolution vers les endroits où se forment de nouvelles phases.
- Cristallisation de l'alite

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

La figure suivante représente une description des étapes de la clinkérisation.

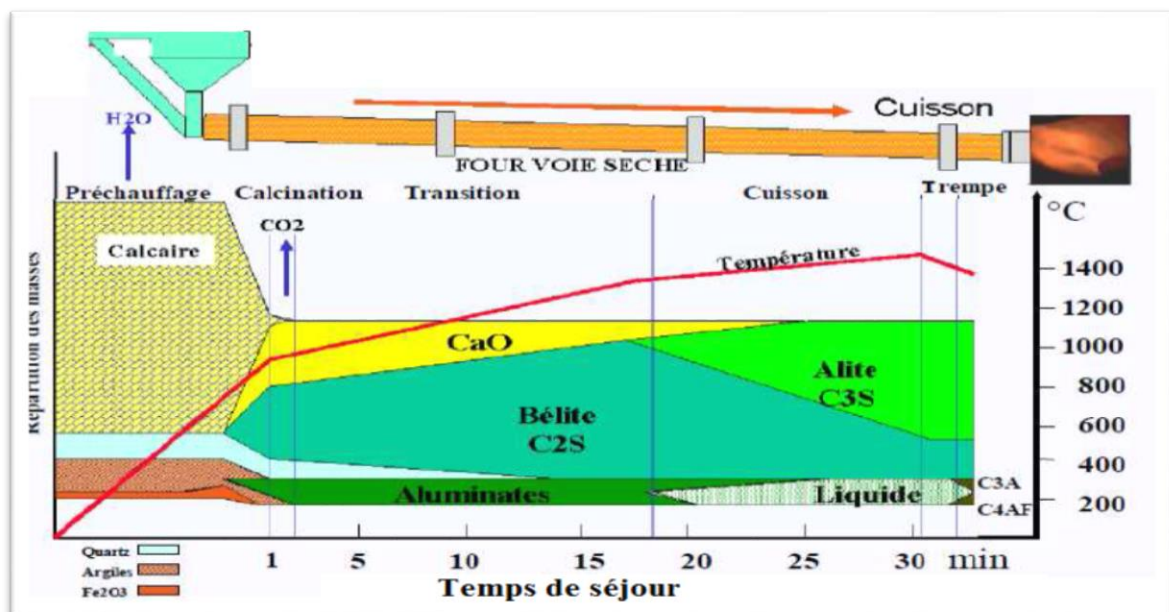


Figure 12 : Description des étapes de cuisson de four



#### IV.5. Modules chimiques

L'analyse de la matière première et farine crue a pour but de calculer des modules ou indices chimique. Ses modules sont calculés à partir de la composition, afin de déterminer la qualité du cru et suivre la qualité de la cuisson.

Module de saturation de Kiihl :

$$IST = \frac{CaO}{2,8SiO_2 + 1,18Al_2O_3 + 0,65Fe_2O_3}$$

LST ou KUHL est un indice qui permet de contrôler le dosage en chaux nécessaire à la combinaison avec les autres oxydes, l'objectif est 96.

Module silicique :

$$MS = \frac{SiO_2}{Al_2O_3 + Fe_2O_3}$$

Permet de doser la silice essentielle aux résistances du ciment par rapport aux éléments fondants nécessaires à la cuisson. L'objectif est fixé en : MS= 2.5.

Tableau 4 : valeur de MS et son effet sur la cuisson des matières au four

Pour MS<2.3	Pour MS>2.75
<ul style="list-style-type: none"><li>• Cuisson facile</li><li>• Phase liquide en excès</li><li>• Briques attaquées</li><li>• Clinker du four instable</li><li>• Consommation calorifique Basse</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Cuisson difficile</li><li>• Phase liquide faible</li><li>• Charge thermique élevées</li><li>• Clinker poussiéreux</li><li>• Chaux libre élevée</li><li>• Ciment à durcissement lent</li></ul>

Module alumino-ferrique :

$$MAF = \frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$$

La valeur de ce module caractérise la nature de la phase fondue, contenant la presque totalité des deux oxydes  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{FeO}_3$ .

L'objectif est fixé en :  $\text{MAF}=1.6$

Tableau 5 : la nature de la phase fondue selon la valeur MAF

Si $\text{MAF}<1.2$	Si $\text{MAF}>1.75$
<ul style="list-style-type: none"><li>• Phase liquide fluide</li><li>• Résistance initiale faible</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Phase liquide visqueuse</li><li>• Résistance initiale élevée</li></ul>

## V. Constituants minéralogiques du clinker

Le clinker du ciment portland contient des phases minérales. Les minéraux du clinker ne sont pas des composés purs, mais des phases cristallines mélangées qui contiennent des constituants d'autres phases en quantité réduites comme combinaison des cristaux mélangés. Ces cristaux contiennent également les mélanges complémentaires du clinker qui ne sont pas capable de former des phases séparées.

- Silicates tricalcique :  $\text{SiO}_2, 3\text{CaO}=\text{C}_3\text{S}$

C'est l'élément le plus actif, un bon clinker contient un fort pourcentage de  $\text{C}_3\text{S}$ . Il donne de très bonnes résistances à court et à long terme et présente une très bonne aptitude au broyage.

- Silicates bicalcique :  $\text{SiO}_2, 2\text{CaO}=\text{C}_2\text{S}$

Il donne des résistances initiales moins élevées que  $\text{C}_3\text{S}$ , mais ces résistances croient à long terme. A court terme le  $\text{C}_2\text{S}$  est moins actif que  $\text{C}_3\text{S}$ , son aptitude au broyage est moins bonne que celle du  $\text{C}_3\text{S}$ .

- Aluminate tricalcique :  $\text{Al}_2\text{O}_3, 3\text{CaO}=\text{C}_3\text{A}$

Donne de très bonnes résistances initiales, mais celles-ci augmentent peu par la suite, son action initiale est liée à sa teneur en gypse qui sera ajoutée lors de broyage du ciment

- Alumino ferrite tricalcique :  $\text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3, 4\text{CaO}=\text{C}_4\text{AF}$

Donne des résistances faibles et peu précises. Il constitue la phase interstitielle du clinker.

## VI. Description du mécanisme de l'hydratation du ciment

La prise du ciment n'est pas un séchage de la pâte après ajout de l'eau ; il s'agit d'un ensemble de réactions chimiques d'hydratation permettant le passage de la pâte de ciment (ciment additionné d'eau) de l'état liquide à l'état solide (Figure13).

### VI.1. hydratation des silicates [6,7,8]

Au contact de l'eau, les silicates tricalciques ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ ) et les silicates bicalciques ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ ) se dissolvant sous forme d'ions qui interagissent entre eux et forment des silicates de calcium hydratés (C-S-H) et de la portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ).

Le constituant majoritaire du ciment anhydre est le silicate tricalcique  $\text{C}_3\text{S}$ . L'hydratation du  $\text{C}_3\text{S}$  produit un silicate de calcium hydraté, C-S-H, et de la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (CH),

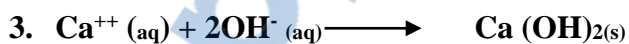
Dans cette écriture la stœchiométrie de C-S-H n'est pas précisée. L'hydratation du  $\text{C}_3\text{S}$  procède selon trois réactions qui deviennent successivement simultanées [Barret et Bertrandite, 1996].



Cette première étape consiste en la dissolution congruente des grains de  $\text{Ca}_3\text{S}$  superficiellement hydroxydes



Les ions silicates ayant atteint la limite de leur sursaturation, précipitent. Tandis que la dissolution des grains de  $\text{Ca}_3\text{S}$  se poursuit.



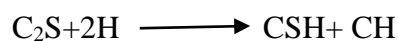
La troisième réaction du système est la précipitation des ions calcium sous forme de portlandite.

La figure suivante (figure 13) présente les différentes étapes de l'hydratation de  $\text{C}_3\text{S}$



Figure 13 : Schéma d'un modèle de l'hydratation initiale du  $C_3S$  [9].

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



## VI.2. Hydratation des aluminates [6,7,8]

L'aluminate tricalcique est le constituant le plus réactif avec l'eau du ciment portland, la solution mise en place par les cimentiers est l'ajout du gypse au clinker afin d'éviter l'hydratation très rapide des aluminates et contrôler la prise.

### VI.2.1. Formation d'ettringite

Les aluminates réagissent avec le sulfate du gypse pour former de l'ettringite TSA (trisulfoaluminate de calcium hydraté) :  $((\text{CaO})_6(\text{Al}_2\text{O}_3)(\text{SO}_3)_3,32\text{H}_2\text{O})$ .

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

### VI.2.2. 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 (appelé AFm) :  $((\text{CaO})_3(\text{Al}_2\text{O}_3)(\text{CaSO}_4),12\text{H}_2\text{O})$ . Les réactions chimiques s'intensifient.

### VI.2.3. Hydratation des aluminates résiduels

Au bout de quelques semaines, en général, l'ettringite se transforme totalement en monosulfite aluminate. Au-delà d'un mois. Les réactions se poursuivent lentement avec l'aluminate ( $\text{C}_3\text{S}$ ) et l'aluminoferrite ( $\text{C}_4\text{AF}$ ) pour former de l'aluminoferrite de calcium hydraté. Même si les séquences réactionnelles sont proches de  $\text{C}_3\text{A}$ , l'aluminoferretrécalcique ( $\text{C}_4\text{AF}$ ) est nettement plus lent à réagir et n'apparaît de manière significative qu'une fois que le gypse est totalement épuisé.

# Chapitre 4 :

## La modélisation

## Introduction :

La problématique principale dans notre sujet est comment éviter l'obstacle de temps entre la fabrication du ciment et l'obtention des résistances qui peut atteindre quatre semaines. La solution peut être sous forme d'un modèle mathématique pour l'estimation de ces résistances à partir des analyses sur le ciment.

Le travail, qui sera exposé dans le chapitre suivant, consiste dans un premier temps de déterminer le modèle qui représente bien le phénomène, déterminer les facteurs qui ont l'impact sur les résistances et dans un deuxième temps à la vérification de l'aptitude d'estimer les résistances à la compression à 28 jours pour les trois premiers mois de 2015 et les comparais avec les réels obtenus après 28 jours. La méthode la plus convenable pour arriver à notre objectif est la régression linéaire multiple.

Effectivement les analyses sur lesquels notre modélisation est basée sur les analyses suivantes sur le produit fini (annexe 1).

- p.a.f : la perte au feu du ciment
- SO<sub>3</sub> : le pourcentage en SO<sub>3</sub>
- DP : début de prise du ciment
- FP : fin de prise du ciment
- S.S.B : surface spécifique Blaine
- 40 $\mu$ m refus à 40 $\mu$ m,
- R 63 $\mu$ m : refus à 63 $\mu$ m,
- DE : Demande en eau,
- DA : Densité apparente,

Chaque heure, nous effectuons un prélèvement d'un échantillon du ciment au niveau de la sortie des broyeurs à ciment. Pour chaque prélèvement, une partie du ciment est utilisée pour le contrôle de la production (finesse, SO<sub>3</sub>...) ; l'autre partie est stockée sur celle-ci sera effectué l'essai de la résistance à la compression et d'autres essais exigés par la norme Marocaines 10.1004 et 10.1.005

## I. La régression linéaire multiple

C'est une méthode d'investigation sur données d'observations, ou d'expérimentations, où l'objectif principal est de :

Expliquer par un modèle en mettant en relation linéaire la variable dépendante (Y) et un ou plusieurs variables indépendantes ou explicatives (X) :

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_p) + e$$

$e$  : c'est l'erreur ou bien le résidus de modèle

Prédire et estimer la valeur inconnue de la variable (Y) en fonction des valeurs prises par les variables explicatives (X) en utilisant le modèle

- La démarche de validation est basée sur tests suivants :

### I.1. Test d'existence d'une pente

L'analyse de la variance ANOVA (Analysis of variance) permet de comparer les variances des valeurs calculées par le modèle et les résidus. Cette analyse constitue un test statistique (test de Fisher-Snedecor). Elle va nous dire si le modèle nous apporte quelque chose, si l'équation établit bien une relation entre la variation des facteurs et de la réponse, ou c'est du à un changement, une fluctuation aléatoire de la réponse dans le domaine expérimental.

On appelle SCM (somme des carrés moyens) l'expression suivante :

$$SCE_M = \sum (\hat{y}_i - \bar{y})^2$$

Or SCT (somme des carrés totale) = SCE + SCE<sub>ré</sub>

$$SCT = \sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2 \text{ avec ddl}_{SCT} = N-1$$

Avec :

$$SCRES = \sum_{i=1}^N \epsilon_i^2$$

Coefficient de la régression :

- Coefficient de détermination  $R^2$ : plus  $R^2$  sera grand, meilleur sera le modèle. Cependant, si le nombre d'expériences est égal au nombre d'inconnues du système, le coefficient  $R^2$  sera toujours égal à 1. C'est pour éviter cela que le coefficient de détermination ajusté ( $R^2_{aj}$ ) a été introduit. Le  $R^2_{aj}$  est défini comme la différence à 1 du rapport entre le carré moyen des écarts des résidus et le carré moyen des écarts expérimentaux



$$R^2 = \frac{SCM}{SCT}$$

$$R^2_{\text{ajusté}} = 1 - \frac{SCRES/(N-p)}{SCT/(N-1)}$$

- La statistique calculée :

$$F_1 = \frac{SCM/(p-1)}{SCRES/(N-1)}$$

Pour qu'il existe le moins de résidus possible, il faut que  $F_1$  soit le plus grand possible, dans ce cas on pourra dire que le modèle apporte de l'information.

Si  $F_1 (\text{calculée}) > F(p, n-p-1, 5\%) \implies$  la régression est significative

Les hypothèses utilisées dans le teste:

$H_0$  : la variable  $y$  est linéairement indépendante des variables  $x_j$

$H_1$  : la variable  $y$  est expliquée linéairement par au moins une des variables  $x_j$

Tableau 6 : tableau d'ANOVA

Source	Ddl	SCE	CM	Test F	Probabilité	F tab/acrit
<b>Résiduel</b>	$n-p-1$	$\sum (y_i - \hat{y}_i)^2$	SCER	SCEm/SCER	p-value	ddl1/ddl2 $\alpha/\text{unilatéral}$
<b>Modèle</b>	$p-1$	$\sum (\hat{y}_i - \bar{y})^2$	SCEm			
<b>Total</b>	$n-1$	$\sum (y_i - \bar{y})^2$				

### Décision :

p-value est la probabilité d'avoir  $F_1$

Si :  $p\text{-value} < 5\%$  (seuil de significativité) : Alors l'hypothèse  $H_0$  est rejetée, donc la pente est différentes de zéro.

## I.2. Test de significativité des facteurs

Après avoir traité la possibilité d'existence d'une pente de régression le deuxième test sert à évaluer les facteurs qui ont l'impact sur le phénomène étudié.

Si la probabilité observée est inférieure à 5% alors la a un impact sur le phénomène étudié.

## I.3. L'examine des résidus

L'étude des résidus d'un modèle de régression vise plusieurs objectifs:

Vérifier les postulats du modèle: normalité, homogénéité des variances des résidus et indépendance des résidus.

- Détecter des données aberrantes qui s'écartent considérablement du modèle.
- Détecter des tendances particulières (ex. comportement quadratique des résidus) et des relations des résidus avec des variables externes qui permettraient d'affiner le modèle.

**La normalité** se vérifie essentiellement en construisant l'histogramme ou la fréquence cumulée des résidus. On peut vérifier l'ajustement à une normale visuellement ou effectuer des tests de normalité

**L'indépendance des résidus** peut être testée en ordonnant les résidus en fonction d'un critère donné et en effectuant un test du genre: test des signes des résidus ou test de la corrélation entre résidus successifs dans la séquence ordonnée. Le test des signes (Draper et Smith, 1966) est un test non-paramétrique qui examine si l'arrangement des signes des résidus dans la séquence est aléatoire ou anormalement groupé ou encore anormalement fluctuant. Le test de corrélation consiste à calculer la corrélation entre les résidus et eux-mêmes décalés d'un pas dans la séquence. Si la corrélation est significative, alors il n'y a pas indépendance des résidus.

## II. La base de données

### II. 1 conformité aux exigences de la norme.

En utilisant la statistique descriptive on peut avoir une vision globale sur les données à analyser, afin de voir leur conformité par rapport à la norme marocaine NM10.1.004 pour s'assurer d'une part que le modèle à développer est basé sur des données conforme et d'une autre part qu'il fournira des valeurs conformes à la dite norme.

Tableau 7 : la conformité de la base de données de cpj45 avec la norme

Elément	N	Min	Max	Sigma
P.a.f %	286	7,88	12,5	0,481
SO3 (%)	286	2,6	3,36	0,015
S.S.B (cm <sup>2</sup> /g)	286	3285,0	4272,0	33190,83
DE (g)	286	25,6	28,80	0,481
DP (S)	286	141	190,0	68,341
FP (S)	286	193	244,0	53,74
DA (g/l)	286	930	1021	164,03
R 40µm (g)	286	6,8	16,80	1,64
R 63µm (g)	286	0,80	4,40	0,60
R à C 2 jours(Mpa)	286	14,7	22,40	1,72
R à C 7 jours (Mpa)	286	22	33,20	2,33
R à C 28 jours (Mpa)	286	33,8	43,30	2,32

A partir de l'analyse descriptive du tableau, on remarque que les valeurs obtenues de CPJ 45 sont conformes. C'est-à-dire elles respectent la norme NM 10.1004.

### III. La modélisation

#### III.1. Test de significativité des facteurs

Les résultats obtenus avec le programme Excel avec l'utilitaire d'analyse.

Tableau 8 : tableau d'ANOVA pour le modèle

	<i>Ddl</i>	<i>SCE</i>	<i>CM</i>	<i>Fcalculée</i>	<i>Valeur critique de F</i>
<b>Régression</b>	9	279.71	31.07	22.47	1,605.E-28
<b>Résidus</b>	276	381.66	1.38		
<b>Total</b>	285	661,37			

P-value est inférieure à 5% alors l'hypothèse  $H_0$  est rejetée, donc il existe un effet de l'un des facteurs.

### III.2. Les statistiques de la régression

Tableau 9 : statistiques de la régression

<b>Coefficient de détermination multiple</b>	<b>0.65</b>
<b>Coefficient de détermination</b>	<b>0.422</b>
<b>Coefficient de détermination <math>R^2</math> ajusté</b>	<b>0.40</b>
<b>Erreur-type</b>	1,174
<b>Observations</b>	286

D'après les statistiques de régression le modèle. Le coefficient de détermination = 0.42

Le modèle représente 42% de la variation.

### III.3. Les coefficients de modèle

Tableau 10 : les coefficients du modèle et ses caractéristiques

	<b>Coefficients</b>	<b>Erreur-type</b>	<b>Statistique t</b>	<b>Proba</b>	<b>LI à 95%</b>	<b>LS à 95%</b>
<b>Cte</b>	46,337	7,632	6,070	4,1987 <sup>E-09</sup>	31,310	61,36
<b>SO3</b>	0,781	0,590	1,322	0,1870	-0,381	1,94
<b>S S B</b>	0,000	0,0004	0,753	0,4515	-0,0005	0,001
<b>DE</b>	-0,193	0,1203	-1,600	0,1107	-0,4294	0,044
<b>p.a.f.</b>	-0,849	0,0817	-10,38	<b>1,554<sup>E-21</sup></b>	-1,0094	-0,687
<b>DP</b>	-0,011	0,0107	-0,991	0,3222	-0,031	0,0104
<b>R 40<math>\mu</math>m</b>	-0,467	0,0576	-8,097	<b>1,8153<sup>E-14</sup></b>	-0,580	-0,353
<b>D A</b>	0,009	0,0062	1,459	0,14547	-0,003	0,021
<b>R 63<math>\mu</math>m</b>	0,528	0,1076	4,908	<b>1,5725<sup>E-06</sup></b>	0,3164	0,740
<b>FP</b>	0,002	0,011	0,137	0,891	-0,021	0,025

Les facteurs qui ont un grand impact sur les résistances à 28 jours est :

#### i. La perte au feu de ciment :

La perte au feu du clinker de bonne qualité varie entre 0.2% à 2% en masse et pour le calcaire une moyenne de 40% et pour le gypse elle peut atteindre 20% en masse. le signe négatif est expliqué par le fait qu'il est provient du calcaire qui est qu'une charge à ajouter au clinker, donc l'augmentation du

pourcentage du calcaire signifie une diminution du pourcentage du clinker utilisé et par conséquent une diminution des résistances.

ii. Refus sec au 40  $\mu\text{m}$  :

L'objectif de l'usine est fixé à 11% pour CPJ 45 se qui fait toutes augmentation de R40  $\mu\text{m}$  peuvent diminuer les résistances. Il faut bine surveiller le broyage à ciment.

iii. Refus sec au 64 $\mu\text{m}$  :

Le signe positif est signifie que plus le R63 $\mu\text{m}$  augmente les résistances augment. Note que plus de broyage plus d'énergie

Le modèle :

$$RC \text{ à } 28\text{jours} = 46,3 + 0,781 SO_3 + 0,000339 SSB - 0,193 DE - 0,849 p.a.f. \\ - 0,0106 DP - 0,467 R \text{ } 40\mu\text{m} + 0,00916 D + 0,528 R63\mu\text{m} + 0,0016 FP$$

**III.4. Test sur les résidus :**

Les figures suivantes représentent les résultats obtenus par les résidus de modèle

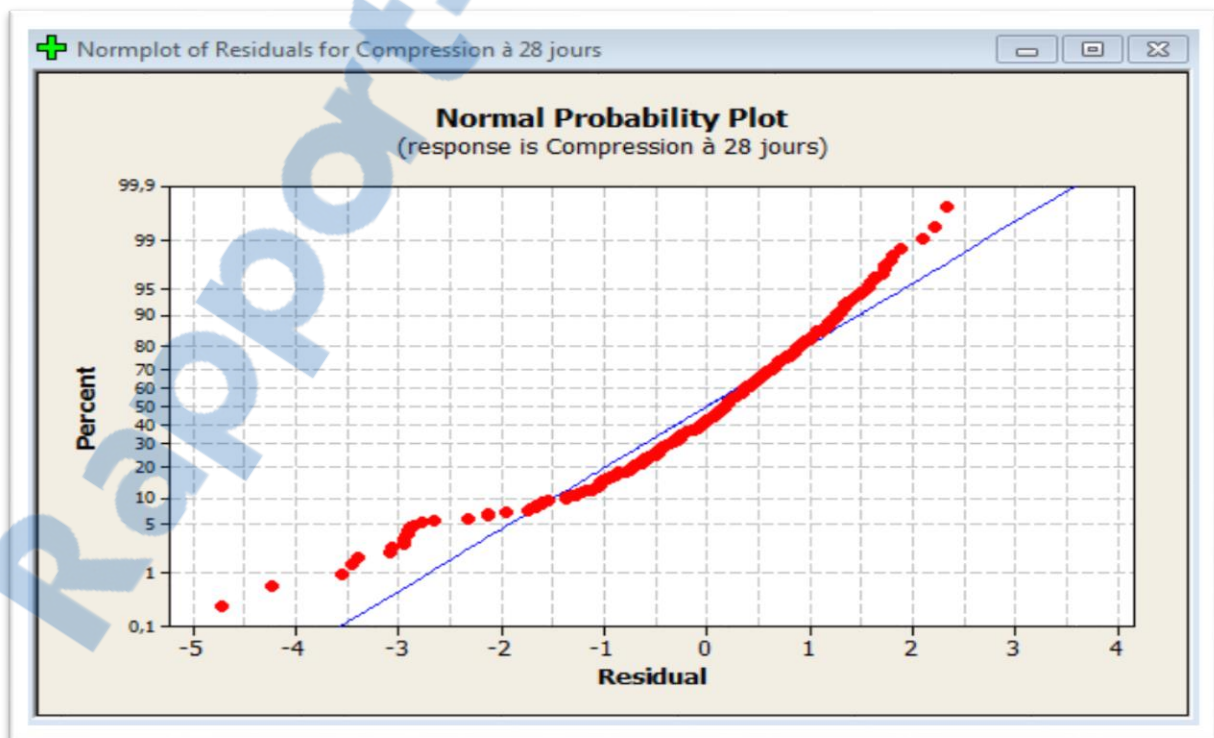


Figure 14 : les résultats donnés par Minitab pour l'étude des résidus pour cpj 45

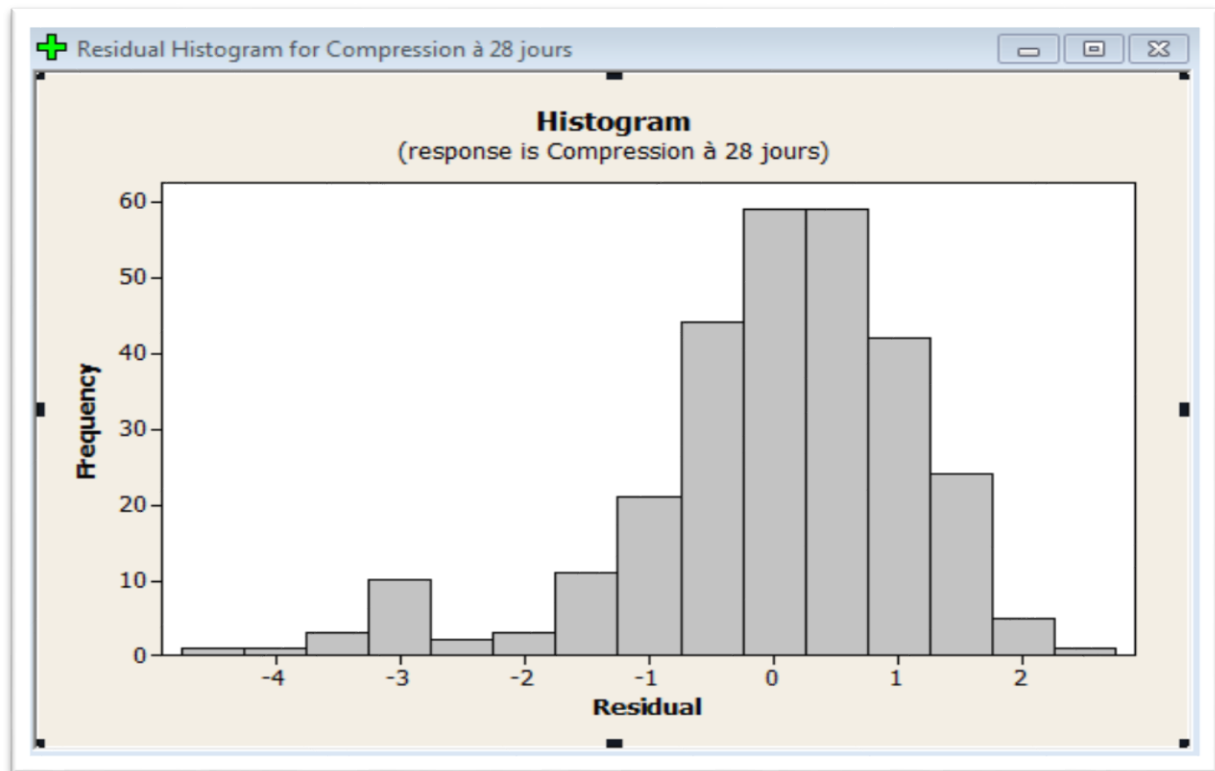


Figure 15 : l'histogramme des résidus

D'après les figures 19 et 20 les résidus sont distribués normalement.

### III.5.La vérification pour les trois mois de 2015 (annexe 2)

La figure suivante représente dispersion des résidus entre les résistances estimer est réels pour les trois premiers mois de 2015.

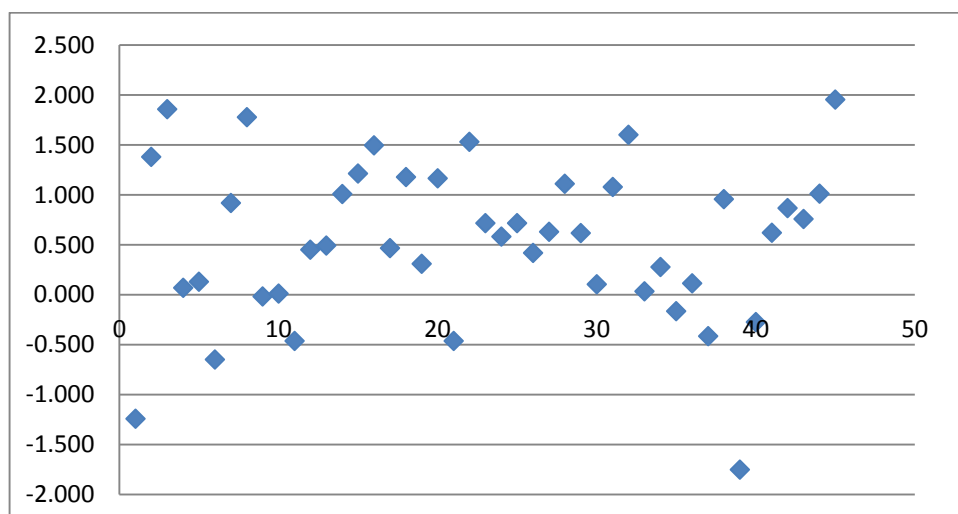


Figure 16 : Le graphe des résidus d'estimation pour les trois premier mois de 2015.

## Conclusion général

Ce travail qui s'inscrit dans le cadre de projet de fin d'études. m'a permis d'appliquer les connaissances théoriques que j'ai acquises durant mon cursus universitaire, de contacter le domaine industriel et de se comporter comme étant un future cadre capable de prendre des décisions, de convaincre l'autre et de défendre ces choix. Ce stage m'a permis aussi de choisir mon sujet de fin d'étude de définir les démarches à suivre et de réaliser des essais de caractérisation du ciment, sans oublier bien sûr d'établir des contacts humains.

Le ciment est le matériau le plus utilisé dans la vie quotidienne, cependant son emploi exige des contraintes de sécurité, de fiabilité et surtout de qualité

La fabrication de ciment nécessite une grande surveillance et un contrôle permanent, afin d'obtenir un produit avec les spécifications voulues.

Dans ce contexte s'est inscrit le but de notre projet de fin d'étude. Il consiste à étudier la possibilité de modéliser la résistance à la compression du ciment CPJ 45 à vingt huit jours à partir des analyses sur le produit fini. Cette modélisation est basée sur l'utilisation de la régression linéaire multiple sur les données de 2015,

Au terme de ce travail, plusieurs conclusions peuvent être retenues :

Les facteurs qui ont un grand impact sur les résistances sont :

- La perte au feu de ciment.
- Refus sec à 40  $\mu\text{m}$ .
- Refus sec à 63  $\mu\text{m}$ .

Le coefficient de détermination du modèle égale à 0.42. Ce qui signifie que seulement 42% de la variabilité qui est expliquée par le modèle.

Pour augmenter cette proportion d'explication on peut utiliser d'autres méthodes tells : PLS, ACP.

## Références bibliographiques

- [1] Ciments Du Maroc, Aït Baha. Plaquette d'Aït Baha, une technologie avancée au service du développement de toute la région (2012).
- [2] Ciment Maroc Italcementi Group. Etude d'impact sur l'environnement de la carrière calcaire. (Février 2007).
- [3] <http://www.infociments.fr/ciments-chaux-hydrauliques/historique>.
- [4] Cyril Guérandel, Etude de la qualité du piégeage des matières organiques par la matrice cimentaire vis-à-vis de la lixiviation, thèse de doctorat, l'Université Paul Verlaine- Metz (2009).
- [5] Christian Lemaitre, mise en œuvre et emploi des matériaux de construction, Edition Eyolles, (2012).
- [6] Jihad ZREIKI, Comportement du béton au jeune âge dans les structures massives. Application au cas de réparation des ouvrages, Thèse de doctorat. Ecole normale supérieure de cachan, (2009).
- [7] Sema AYDIN GUNAY, influence de la cinétique d'hydratation des phases aluminates en présence de sulfates de calcium sur celles des phases silicates Conséquences sur l'Optimum de sulfatages des ciments, Thèse de doctorat, Université de Bourgogne, (2012)
- [8] <http://doc.lerm.fr/hydratation-du-ciment-portland/>
- [9] Adamah MESSAN, Contribution à l'étude du comportement au très jeune âge des structure minces en mortier, Thèse de doctorat, Université Montpellier II, Sciences et techniques du Languedoc, (2006)
- [10] Norme NM 10.1.005 : Liants hydraulique, Techniques des essais».



## Annexes :

### ❖ Annexes 1 : les analyse sur le ciment

#### 1)-Physico-chimique :

1. **p.a.f :** La perte au feu est une analyse permettant de déterminer la teneur en H<sub>2</sub>O, et en CO<sub>2</sub> présent dans la farine traitée.

#### **Mode opératoire :**

Peser dans un creuset préalablement calciné et taré, (1± 0,05)g de ciment. Placer le creuset dans le four électrique dont la température est stabilisée à (975± 25) °C. Après 20 min de chauffage, retirer le creuset du four et laisser se refroidir à la température ambiante. Peser et déterminer la constante de la masse. [10].

$$\text{Perte au feu} = (m_1 - m_2) \cdot 100$$

$m_1$  : la masse du creuset initiale

$m_2$  : la masse du creuset finale

2. **SSB : surface spécifique Blaine :** Le tamisage et la perméabilité à l'air (Blaine) permettent la conduite de l'opération de broyage ;

La finesse du ciment est exprimée par le pourcentage du refus sur un tamis (tamisage) et par la surface spécifique Blaine. La méthode par tamisage sert uniquement à détecter la présence de grosses particules de ciment ; par la méthode de perméabilité à l'air (Blaine) la surface massique est mesurée par comparaison avec un échantillon d'un ciment de référence.

#### • **Détermination de la finesse du ciment- Tamisage**

La prise d'essai de poudre est placée sur un tamis, dans une enceinte close et soumise, d'une part, à un souffle d'air dégagé par une buse tournante au-dessous du tamis, et d'autre part, à une aspiration au travers du tamis.

#### **Mode opératoire:**

- Fixer le tamis sur la tamiseuse ;
- peser le produit à tamiser à 0,1% près et le placer (sans pertes) sur le tamis monté sur l'appareil de tamisage.
- Puis mettre le couvercle transparent sur le tamis ;

- la prise d'essai de poudre est placée sur un tamis dans une enceinte close et soumise d'une part à un souffle d'air dégagé par une buse tournant au-dessous du tamis et d'autre part à une aspiration au travers du tamis mettre en marche l'appareil de tamisage et le système d'aspiration pendant une durée déterminée après avoir arrêté l'appareil, peser la masse restée sur le tamis à 0,1% près. [10].

$$\text{Refus} = (m_1/m_0) \times 100 \quad \text{où} \quad m_0 = \text{masse de la prise d'essai utilisée}$$
$$m_1 = \text{masse du refus en g}$$

### Détermination de la finesse du ciment- Blaine

Dans des conditions normalisées, la surface massique du ciment est proportionnelle à  $\sqrt{t}$  où  $t$  est le temps nécessaire à une quantité d'air donné pour traverser un lit de ciment compacté. Le nombre et la distribution des dimensions des pores individuelles du lit spécifié sont fixés par les dimensions des particules de ciment qui déterminent aussi le temps de passage de l'air ;

Cette méthode est plus comparative qu'absolue et c'est pourquoi un échantillon de référence de surface massique connu est nécessaire pour calibrer l'appareil.

### Mode opératoire :

Détermination de la masse volumique selon le mode opératoire décrit en haut.

Formation du lit: peser une quantité de ciment ( $m_1$ ) pour obtenir un lit de ciment de porosité  $e = 0,500$ .

$$m_1 = 0,500 \cdot \rho \cdot V \text{ (g)}$$

Avec :  $\rho$  = masse volumique du ciment en g/cm<sup>3</sup>

$V$  = volume du lit de ciment en centimètres cubes

- Cette quantité, compactée correctement, donnera un lit de porosité  $e = 0,500$  ;
- Déposer le disque métallique perforé sur l'épaule au fond de la cellule et placer sur ce disque métallique un disque de papier filtre vierge ;
- Placer la quantité pesée de ciment,  $m_1$ , dans la cellule en prenant soin d'éviter toute perte de matière ;
- Tapoter la cellule pour niveler le ciment ;
- Placer un deuxième disque de papier filtre vierge sur le ciment nivelé ;
- Insérer le piston plongeur jusqu'au moment où la face inférieure de son épaulement entre en contact avec la cellule ;

- Retirer lentement le plongeur d'environ 5 mm, le tourner de 90° et exercer une nouvelle pression délicate mais ferme sur le lit jusqu'à ce que l'épaule du plongeur vienne en contact avec la cellule. Le lit est alors compacté et prêt pour l'essai de perméabilité ;
- Retirer lentement le plongeur.
- Procédure d'essai
- Placer la surface conique de la cellule dans le rodage conique au sommet du manomètre. Faire attention de ne pas perturber le lit de ciment ;
- Obturer le dessus du cylindre avec un bouchon adéquat ;
- Ouvrir le robinet d'arrêt et amener par une aspiration modérée le niveau du liquide manomètre jusqu'à la ligne la plus haute (8 de la figure I.1) ;
- Fermer le robinet d'arrêt et observer que le niveau de liquide manométrique reste constant ;
- Ouvrir le robinet d'arrêt et ajuster par une aspiration modérée le liquide manométrique au niveau de la ligne la plus lente ;
- Fermer le robinet d'arrêt ;
- Enlever le bouchon du sommet du cylindre. Le fluide manométrique va commencer à couler ;
- Démarrer le chronomètre lorsque le liquide atteint la deuxième ligne (9 de la figure I.1) et l'arrêter lorsque le liquide atteint la troisième ligne (10 de la figure I.1) ;
- Relever le temps  $t$  à 0,2s près et la température à 1°C près ;

Prenant : porosité = 0,500 et température d'essai =  $(20^{\circ}\text{C} \pm 2)^{\circ}\text{C}$ .

$K$  = constante de l'appareil,  $t$  = temps mesuré (s)

$\rho$  = masse volumique du ciment ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) [10].

$$SSB \text{ (surface spécifique de Blain)} = (524.2 * K * \sqrt{t}) / \rho \text{ (cm}^2/\text{g)}$$

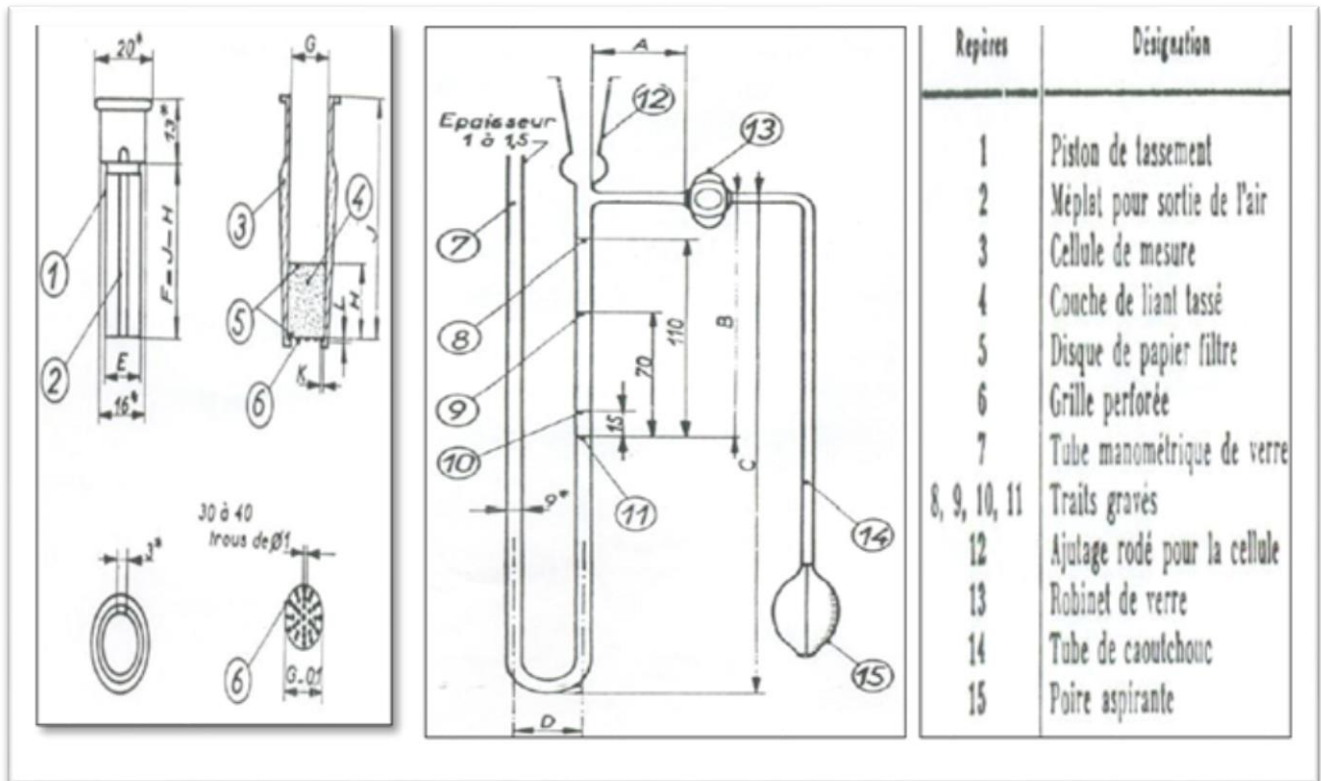
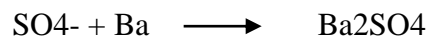


Figure I.1 : appareil à perméabilité Blaine [10]

### 3. Dosage gravimétrique de sulfate :

La détermination du sulfate de fait par une attaque chlorhydrique de la matière (ciment gypse), les ions sulfate mis en solution par l'attaque avec HCl de la matière sont précipités entre pH=1 et pH=1.5 par une solution de chlorure de baryum (BaCl<sub>2</sub>) qui se fait l'ébullition :



#### Mode opératoire :

- On prend 2g de la matière à analyser, et la met dans un bécher 250ml délayé avec 100 ml d'eau froide, puis on ajoute 25 ml d'un mélange à volume égaux d'acide chlorhydrique et d'eau. On chauffe le mélange rapidement pendant quelques instants, et on filtre immédiatement la liqueur chaude.
- On porte le filtrat à l'ébullition et on ajoute 10 ml d'une solution bouillante de chlorure de baryum à 100g par litre. Maintenir dix minutes à douce ébullition et on laisse reposer au moins pendant quatre heures puis la solution est filtrée sur filtre à texture fine, en fin calciner à 800° - 900°C jusqu'à à masse constante.

Soit P la masse trouvée, exprimée en grammes.

La teneur en SO<sub>3</sub> est calculée à l'aide de l'expression suivante :

$$\% SO_3 = \frac{P \times 0.343 \times 100}{2}$$

#### 4. Demande en eau:

En pèse 500 g du ciment et on la malaxe avec une quantité d'eau qu'on choisit arbitrairement (m). On règle l'appareil Vicat muni au préalable de la sonde par abaissement de celle-ci jusqu'à la plaque de base et par ajustement du repère au zéro de l'échelle et relève la sonde en position d'attente. Après que le ciment et l'eau sont malaxés on place le moule et la plaque de base aussitôt après arasement de la pâte dans l'axe de la sonde de l'appareil Vicat. La sonde descendue perpendiculairement à la surface de la pâte immobilisée pendant un court d'arrêt quand elle entre en contact avec cette surface, est abandonnée à elle-même sans vitesse initiale.

On répète l'essai avec des pâtes ayant des teneurs en eau différentes jusqu'à ce qu'il s'en trouve une donnant une distance de  $(6 \pm 1)$  mm entre la sonde et la plaque de base. On enregistre la teneur en eau de cette pâte exprimée à 0.5% près comme teneur en eau pour l'obtention de la consistance normalisée.

$$demande\ en\ eau = \frac{m}{500} \times 100$$

#### 5. Densité apparente :

Disposer le litre métal préalablement taré (P1) sous l'entonnoir à tamis. mettre le ciment dans l'entonnoir et laisser couler par gravité le ciment dans le litre

Raclar le ciment au moyen de la spatule pour passer le ciment à travers le tamis de l'entonnoir

Poursuivre l'opération jusqu'à remplissage et formation d'un cône de ciment sur le litre

Ecarter l'entonnoir à tamis sans bouger ou secouer le contenu du litre

Araser la surface au moyen de la règle à araser prenant appui sur le bord du litre, perpendiculaire à la surface et déplacée d'un mouvement de scie à faible amplitude

Peser le litre et son contenu (P2)

La densité apparente est donnée en g/l

$$\text{Densité Apparente g/l} = P2 - P1$$

#### 6. Détermination du temps du début de prise :

Est déterminé par l'observation de la pénétration d'une aiguille dans une pâte de ciment à consistance normalisée jusqu'à moment où elle atteint une valeur spécifique.

On enlève le sonde utilisée pour l'essai de la détermination de la demande en eau (consistance) et le remplacer par l'aiguille, qui doit être en acier et doit avoir la forme d'un cylindre droit d'une longueur

effective de  $(50 \pm 1)$  mm et d'un diamètre de  $(1.13 \pm 0.005)$  mm et la masse totale des partie mobile doit être de  $(300 \pm 1)$  g.

On règle l'appareil Vicat muni au préalable de l'aiguille par abaissement de celle-ci jusqu'à la plaque de base et par ajustement du repère au zéro de l'échelle et relève la sonde en position d'atteinte, remplir le moule avec de la pâte de consistance normalisée et l'araser conformément. On conserve l'éprouvette entre les essais de pénétration dans une salle maintenus à  $(20 \pm 1)$  °C et à au moins 90% d'humidité relative

On place le moule rempli ainsi que sa plaque au-dessous de l'aiguille de l'appareil Vicat, puis on abaisse l'aiguille avec précaution jusqu'à ce qu'elle arrive au contact de la pâte pendant un court d'arrêt. Est abandonnée à elle-même sans vitesse initiale.

On enregistre le temps mesuré depuis l'instant zéro, au bout duquel la distance entre l'aiguille de la plaque de base est de  $(4 \pm 1)$  mm comme temps de début de prise de ciment à 5 min près. On répète l'essai de pénétration sur la même éprouvette à des positions convenablement espacées à plus de 10 mm jusqu'à trouver la distance entre l'aiguille de la plaque de base est de  $(4 \pm 1)$  mm.

### **7. Détermination de temps de fin de prise**

On retourne le moule rempli qu'on a utilisé pour l'essai de début de prise sur sa plaque de base de façon que les essais de fin de prise soient faits sur la face de l'éprouvette primitivement en contact avec la plaque de base. Munir l'aiguille d'un accessoire annulaire pour facilité l'observation précise de faibles pénétrations. On conserve l'éprouvette entre les essais de pénétration dans une salle maintenue à  $(20 \pm 1)$  °C et à au moins 90% d'humidité relative

On place e moule rempli ainsi que sa plaque au-dessous de l'aiguille de l'appareil Vicat, puis on abaisse l'aiguille avec précaution jusqu'à ce qu'elle arrive au contact de la pâte pendant un court d'arrêt. Est abandonnée à elle-même sans vitesse initiale.

On enregistre le temps mesuré depuis l'instant zéro (Contact Eau/ Ciment) au bout duquel 'aiguille ne pénètre pour la première fois qu'à 0.5 mm dans l'éprouvette comme temps de fin de prise.

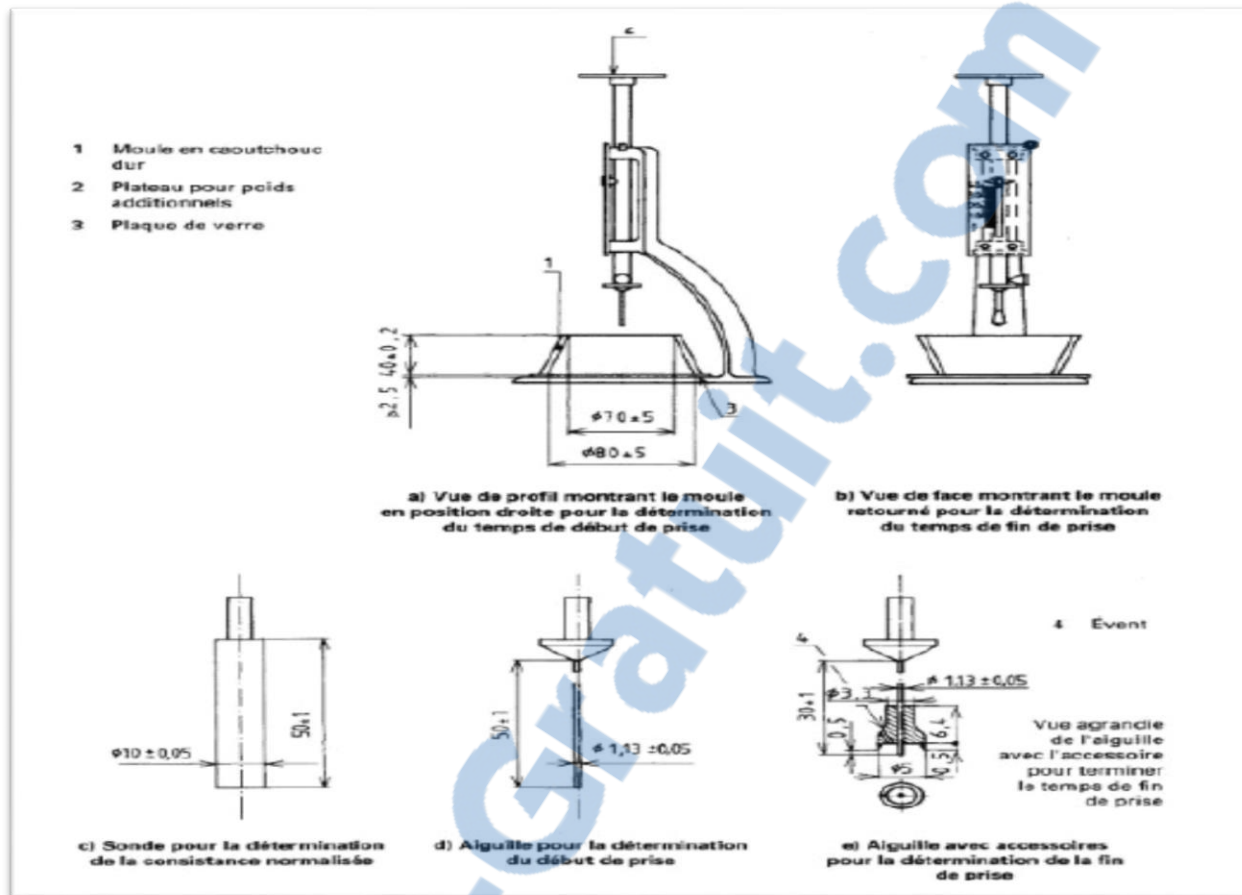


Figure I.2 : équipement pour début et fin de prise

## 2)-Mécanique

### ❖ Annexe 2 : Essais de la résistance :

#### ✚ Equipement nécessaire

- Une salle maintenue à une température de  $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$  et à une humidité relative supérieure ou égale à 50 % ;
- Une chambre ou une armoire humide maintenue à une température de  $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$  et à une humidité relative supérieure à 90 % (Figure.17) ;
- Un malaxeur normalisé ;
- Des moules normalisés permettant de réaliser 3 éprouvettes prismatiques de section carrée  $4\text{cm} \times 4\text{cm}$  et de longueur 16cm ;
- Un appareil à chocs permettant d'appliquer 60 chocs aux moules en les faisant chuter d'une hauteur de  $(15 \pm 0,3) \text{ mm}$  à la fréquence d'une chute par seconde pendant 60s ;



- Une machine d'essais de résistance à la flexion permettant d'appliquer des charges jusqu'à 10KN avec une vitesse de mise en charge de  $(50 \pm 10)$  N/s ;
- Une machine d'essais à la compression permettant d'appliquer des charges jusqu'à 150 KN (Ou plus si les essais l'exigent) avec une vitesse de mise en charge de  $2400 \text{ N/s} \pm 200 \text{ N/s}$  ;
- La machine d'essai doit être munie de plateaux en acier ou de préférence en carbure de tungstène. Ces plateaux doivent avoir au moins 10 mm d'épaisseur,  $40 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$  de longueur.



Figure I.3 : Equipement nécessaire pour la résistance

### 1)- Détermination des résistances mécaniques

#### ✚ Mode opératoire

- Préparation du mortier ;
- Le mortier doit être composé en masse, d'une partie de ciment, de trois parties de sable normal et d'une partie d'eau (le rapport eau /ciment = 0,5) ;
- Chaque gâchée destinée à la fabrication pour trois éprouvettes d'essai doit être constitué de  $(450 \pm 2)$  g de ciment, de  $(1350 \pm 5)$  g de sable et de  $(225 \pm 1)$ g d'eau ;

- Malaxer chaque gâchée de mortier mécaniquement au moyen du malaxeur. Le malaxeur étant en position de marche ;
- Verser l'eau dans le récipient et introduire le ciment ;
- Mettre alors immédiatement le malaxeur en marche à petite vitesse et après 30s introduire régulièrement tout le sable (pendant les 30 s suivantes) ;
- Lorsqu'il est fait usage de fractions de sable séparées, ajouter successivement les quantités spécifiées de chaque fraction en commençant par la plus grosse. Mettre le malaxeur à sa vitesse la plus grande et continuer à mélanger pendant 30s supplémentaires ;
- Arrêter le malaxeur pendant 1min 30s. Pendant les 15 premières secondes, enlever au moyen d'une raclette en caoutchouc tout le mortier adhérent aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci ;
- Reprendre ensuite le malaxeur à grande vitesse pendant 60s ;
- Moulage des éprouvettes ;
- Les éprouvettes doivent être moulées immédiatement après la préparation du mortier. Le moule et sa hausse fermement fixés à la table à chocs, introduite en une ou plusieurs fois, avec une cuillère convenable, la première de deux couches de mortier (chacune à peu près 300g) dans chaque compartiment du moule, directement à partir du récipient de malaxage ;
- Etaler la couche uniformément en utilisant la plus grande spatule, qui doit être tenue verticalement, ses épaulements en contact avec la partie supérieure de la hausse et la tirer une fois dans chaque direction, c'est-à-dire en avant et en arrière le long de chaque compartiment du moule. Ensuite serer la première couche de mortier par 60 chocs. Introduite la seconde couche de mortier, niveler avec la petit spatule et serrer à nouveau par 60 chocs ;
- Retirer avec précaution le moule de la table à chocs et ôter la hausse. Enlever immédiatement l'excès de mortier avec la règle métallique plate posée de chant, animée de lents mouvements transversaux de scie, une fois dans chaque direction ;
- Lisser la surface des éprouvettes en utilisant la même règle tenue presque à plat ;
- Etiqueter ou marquer les moules pour identifier les éprouvettes.
- Conservation des éprouvettes ;



- Enlever le résidu de mortier restant sur le périmètre du moule par suite de l'arasement ;
- Poser une plaque de verre de 210 mm\*185 mm\* 6 mm d'épaisseur sur le moule ;
- Placer chaque moule couvert, convenablement identifié, sans retard sur un rapport horizontal dans la chambre ou armoire humide ;
- Démoulage des éprouvettes ;
- Effectuer le démoulage avec toutes les précautions requises ;
- Marquer les éprouvettes avec une encre ou crayon résistant à l'eau ;
- Immerger les éprouvettes dans l'eau ( $20^{\circ} \pm 1$ ) °C dans des récipients adéquats jusqu'au moment des essais de résistance (flexion sur l'éprouvette et compression sur les 2 moitiés obtenues après l'essai de flexion).

## 2)- Essais de flexion et de compression

Effectuer les essais de résistance à différents âges dans les limites suivantes :

48 h  $\pm$  15 min

7 jours  $\pm$  2 heures

28 jours  $\pm$  8 heures

### ✓ Essai de flexion

L'essai de flexion centrée est effectué sur une machine de flexion qui peut appliquer des charges jusqu'à 10 KN avec une vitesse de  $(50 \pm 10)$  N/s, sollicitant l'éprouvette. Pendant les essais les valeurs sont lues directement sur l'appareil d'essai (Voir figure 18).

### ✓ Essai de compression

L'équipement utilisé est une presse hydraulique décrite par la norme EN 196-1. Les demis éprouvettes obtenues après ruptures en flexion sont rompues en compression sur les faces latérales de moulage sous une section de 40mm\*40mm. Les valeurs sont lues directement sur l'appareil d'essai (voir figure 15) .



Figure I.4 : les appareils utilisés pour les essais de résistances

#### ❖ Annexe 2

Compression estimée	38,441	36,717	37,239	38,230	38,070	39,148	38,480	37,422	37,415
Compression réel à jours	37,2	38,1	39,1	38,3	38,2	38,5	39,4	39,2	37,4
Résidus	-1,241	1,383	1,861	0,070	0,130	-0,648	0,920	1,778	-0,015
	38,286	38,860	37,748	37,907	37,389	37,084	37,202	37,232	37,522
	38,3	38,4	38,2	38,4	38,4	38,3	38,7	37,7	38,7
	0,014	-0,460	0,452	0,493	1,011	1,216	1,498	0,468	1,178
	38,189	37,934	38,660	36,867	37,882	37,616	37,583	38,780	38,768
	38,5	39,1	38,2	38,4	38,6	38,2	38,3	39,2	39,4
	0,311	1,166	-0,460	1,533	0,718	0,584	0,717	0,420	0,632
	37,986	38,981	39,094	38,319	37,897	38,164	38,021	38,464	38,183
	39,1	39,6	39,2	39,4	39,5	38,2	38,3	38,3	38,3
	1,114	0,619	0,106	1,081	1,603	0,036	0,279	-0,164	0,117
	38,912	38,143	38,451	37,671	37,979	37,633	37,841	37,586	37,344
	38,5	39,1	36,7	37,4	38,6	38,5	38,6	38,6	39,3
	-0,412	0,957	-1,751	-0,271	0,621	0,867	0,759	1,014	1,956

Tableau I.1 : le tableau de comparaison entre les résistances estimées est réel