



Département de Technologie chimique industrielle

Rapport de soutenance

En vue de l'obtention du diplôme
de Licence professionnelle en :

Génie de la formulation

Thème :

CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE DU CIMENT DE LA CIMENTERIE D'ECH CHLEF

Réalisé par :

- Hrache Sana

Encadré par :

- KARABAGLI Abderrahmane
- Mme N.KAROUI

M.C.A / Institut De Technologie-BOUIRA
Chef Laboratoire – Cimenterie GICA Chlef

Corrigé par :

- Examineur : AKLIOUAT Hacene

M.A.A / Entreprise ou Établissement

Remerciement

Je tiens tout d'abord à remercier Mr A. KARABAGLI, pour son encadrement rigoureux, la disponibilité dont il a fait preuve et pour sa culture scientifique qu'il m'a fait acquérir pendant l'élaboration de ce travail.

Je suis très reconnaissante à Mme KAROUZI, chef du laboratoire de contrôle de qualité d'avoir mis à ma disposition les moyens et le matériels nécessaires pour accomplir mon projet de fin d'étude, ainsi que de son temps de m'avoir aidé de près, ainsi que tous les membres du laboratoire de contrôle de qualité ECDE, les ingénieurs et les techniciens avec qui j'ai eu le plaisir de travailler.

Je remercie également tous les membres de jury qui ont accepté d'examiner mon travail.

Dédicace

A toi mon père, à toi ma mère, à tous les membres de ma famille, à vous mes

Sœurs : Ahlem, Aicha, Soudjoud, à vous mon adorable frère : Sidali.

*A vous mes meilleures amies : Zineb, Saloua, Khadidja, Sara : pour
m'avoir supporté durant ces années d'études.*

*A vous tous qui m'aviez aidé et encouragé par vos conseils et vous
m'avez offert un espoir vers la réussite*

Sommaire

Introduction générale.....	1
I - Généralités sur les ciments	
I.1 Définition de ciment.....	2
I.2 Historique	2
I.3 Classification du ciment	4
I.3.1 Selon leur composition.....	4
I.3.2 Selon leur résistance normale	4
I.4 Normalisation de ciment	4
I.5 Les constituants de base	5
I.5.1 Les matières premières du ciment	5
• Argile.....	6
I.5.2 Matériaux de correction.....	6
• Minerai de fer (Fe_2O_3)	6
• Sable siliceux.....	7
• Le gypse	7
• Le calcaire sableux	7
• bauxite	7
I.6 Les différents procédés de fabrication:	8
I.6.1 Fabrication du ciment par voie humide	8
I.6.2 Fabrication du ciment par voie semi-humide [12]	9
I.6.3 Fabrication du ciment par voie semi-sèche.....	9
I.6.4 Fabrication du ciment par voie sèche	9
II . Présentation de l'entreprise	
II . 1 Présentation de l'entreprise	
II.1.1 Situation géographique de l'entreprise [6]	12
II.1.2 Fiche technique de l'entreprise.....	13

II.1.3	Organigramme de l'entreprise	13
II.1.4	Service contrôle de qualité.....	14
II.1.5	La nomenclature du ciment [6]	14
III.1 Procédé de fabrication du ciment.....		15
III.1.1	L'extraction et la préparation des matières premières.....	15
III.1.2	Concassage	16
III.1.3	Pré homogénéisation	16
III.1.4	Les ajouts.....	16
III.1.5	Préparation de cru.....	17
III.1.6	La cuisson	17
III.1.7	Refroidissement du clinker.....	19
III.1.8	Le broyage du clinker	19
III.1.9	Les expéditions	20
III.2 Laboratoire de contrôle.....		20
III.3 Salle de contrôle		22
III.4 Principales caractéristiques de ciment		23
III.4.1	Propriétés chimique	23
•	Hydratation de ciment	23
III.4.2	Propriété physique	24
a)	La finesse de ciment	24
b)	Consistance.....	24
c)	Temps de prise.....	24
d)	Refus.....	25
III.4.3	Propriétés mécaniques.....	25
▪	Flexion-compression	25
IV.1 Méthodes chimiques		26
IV.1.1	Attaque par fusion alcaline	26
IV.1.2	Attaque par acide :	27

IV.2 Méthodes physiques.....	34
IV.2.1 Mesure de la surface spécifique par la méthode Blaine « NA 231 » [23]	34
IV.2.2 Le refus « NA 229 » [24]	36
IV.3 Méthodes mécaniques.....	38
V.1 Analyse chimique	41
V.1.1 Par voie chimique	41
V.1.2 Détermination des oxydants	41
V.1.3 Caractérisation minéralogique	41
V.2 Analyse physique	42
Conclusion.....	41

Liste des figures

Figure I.1: Echantillon de ciment.....	2
Figure I.2: Le calcaire	6
Figure I.3: Minerai de fer	6
Figure I.4: Sable siliceux.....	7
Figure I.5: Schéma de fabrication du ciment par voie humide et sèche.....	10
Figure II.1: Organigramme de l'entreprise.....	13
Figure III.1: Les étapes de fabrication du ciment.....	15
Figure III.2: Carrière de chlef.....	15
Figure III.3: Hall de pré homogénéisation.....	16
Figure III.4: Four rotatif	18
Figure III.5: Micrographique des quatre phases principales de clinker	18
Figure III.6: Broyeur.....	20
Figure III.7: Ciment prêt à vendre	20
Figure III.8: Contrôle de qualité du ciment	22
Figure IV.1: La farine crue.....	26
Figure IV.2: La silice	27
Figure IV.3: Protocole de filtration	27
Figure IV.4: Titrage de l'oxyde de calcium.....	28
Figure IV.5: Titrage de la magnésie.....	29
Figure IV.6: Après le titrage avec la solution de l'EDTA	30
Figure IV.7: Titrage de l'alumine	31
Figure IV.8: La bouteille de glycérol	31
Figure IV.9: Filtration de la chaux libre.....	32
Figure IV.10: Creuset après sortie dans le four.....	33
Figure IV.11: Filtration de SO ₃ (filtre lent)	33
Figure IV.12: Le perméabilimètre de Blaine.....	34
Figure IV.13: Un entonnoir.....	35
Figure IV.14: Le trait inférieur et supérieur	36
Figure IV.15: Un tamis de 90 µ.....	37
Figure IV.16: Appareil alpine	37
Figure IV.17 : le sable.....	38
Figure IV.18 : le ciment.....	38
Figure IV.19 : L'appareil de choc et les moules.....	38
Figure IV.20 : L'eau de robinet.....	39

Figure	IV.21	:	Le
malaxeur.....			39
Figure	IV.22	:	Machine
mécaniques.....			d'essais
			39

Liste des Tableaux

Tableau I.1: Procédés généraux de fabrication du ciment.....	8
Tableau II.1 : Fiche technique de l'entreprise.....	13
Tableau III.1: Caractéristiques du four rotatif	19
Tableau V.1: Analyse chimique de ciment	41
Tableau V.2: Les résultats de dosage pour la détermination des oxydes	41
Tableau V.3: Caractéristiques minéralogiques.....	41
Tableau V.4: Analyse physique.....	42

Liste d'abréviation

GICA : Groupe industriel Algérien du ciment.

Ca(OH) 2 : Hydroxyde de calcium (portlandite).

CPj : Ciment portland composé.

EN 197-1 : Norme européenne.

CaO : Chaux.

SiO₂: La silice.

Al₂O₃ : Oxyde d'alumine.

Fe₂O₃ : Oxyde de fer.

C3A : Aluminate tricalcique (Célite).

C4AF : aluminoferrite de calcium (Félite).

C2S : Silicate bicalcique (Bélite).

C3S : Silicate tricalcique (Alite).

CaO : oxyde de calcium (Chaux libre).

NA 229 : Norme algérienne.

NA442 : Norme Algérienne.

CEM II/A-L 42.5 N : Ciment portland /ajout –calcaire résistance 42.5 N/m².

E/C : Eau/Ciment.

Résumé

Tout un produit industriel est défini par sa qualité dans le marché et la qualité du ciment dépend de la composition initiale (des matières premières) qui entrent dans la fabrication de clinker. Le clinker est un produit semi-fini qui résulte de la cuisson d'un mélange contenant une quantité de calcaire en grande partie et une faible quantité d'argile, de sable et de minerais de fer. Le rassemblement de tous ces composés à l'entrée du four est dit « cru ». La cuisson du cru dans le four rotatif à une température de 1400°C à 1500°C aboutit à la formation du clinker qui est le produit de base du ciment. Pour cette raison, le clinker doit subir un contrôle strict et rigoureux pour arriver à satisfaire les clients du point de vue qualité.

Les caractéristiques physico-chimiques déterminées au laboratoire à travers les différents essais effectués ont confirmé les résultats attendus fixés par les spécifications normatives.

Mots clés : ciment, clinker, milieu agressif, résistances, flexion, compression

Abstract

Any industrial product is defined by its quality in the market and the quality of cement depends on the initial composition (of raw materials) that go into the manufacture of clinker. Clinker is a semi-finished product that results from firing a mixture that contains a large amount of limestone and a small amount of clay, sand and iron ores. The gathering of all these compounds at the entrance to the furnace is said to be "raw." The cooking of the raw material in the rotary furnace at a temperature of 1400 ° C to 1500 ° C results in the formation of clinker, which is the basic product of the oven. cement. For this reason, the clinker must undergo a strict and rigorous control to arrive at the satisfaction of the customers from a quality point of view.

The physico-chemical characteristics determined in the laboratory through the various tests carried out confirmed the expected results set by the normative specifications.

ملخص

يتم تحديد المنتج الصناعي بأكمله من خلال جودته في السوق وتعتمد جودة الأسمنت على التكوين الأولي (للمواد الخام) التي تدخل في صناعة خبث المعادن. خبث المعادن هو منتج نصف نهائي ينتج عن طهي خليط يحتوي على كمية كبيرة من الحجر الجيري وكمية صغيرة من الطين والرمل وخام الحديد. ويجمع كل هذه المركبات معًا في يُقال إن دخول الفرن "خام" ، حيث يؤدي إطلاق المواد الخام في الفرن الدوار عند درجة حرارة 1400 درجة مئوية إلى 1500 درجة مئوية إلى تكوين خبث المعادن وهو المنتج الأساسي للأسمنت.

لخصائص الفيزيائية والكيميائية (السطح المحدد بلين ، النسبة المئوية للرفض ، وقت الإعداد ، التمدد وتحديد الأكاسيد المختلفة) بالإضافة إلى اختبارات قياس فقدان الكتلة (الهجوم الكيميائي للوسائط العدوانية) ؛ تم تحديد مقاومة الشد عن طريق الانحناء والضغط في مختلف الأعمار وللوسائط المختلفة أثناء إقامتنا في معمل مصنع أسمنت واد سلي.

الكلمات المفتاحية: الأسمنت ، خبث المعادن ، الوسط العدواني ، القوة ، الانحناء ، الانضغاط

Introduction

Introduction générale

La qualité est devenue une obligation vitale de compétitivité et de pérennité des entreprises. A cet effet, les responsables des entreprises sont appelés à définir et à mettre en œuvre une véritable démarche d'amélioration de la qualité de leurs produits et services. Diriger et faire fonctionner une entreprise avec succès nécessite de l'orienter et de la contrôler méthodiquement et en toute transparence. L'objectif du thème est d'étudier la caractérisation physico-chimique du ciment de la cimenterie d'ECH CHLEF

En Algérie, comme partout ailleurs, le management de la qualité devient un impératif pour les entreprises désireuses de satisfaire les exigences de leurs clients, et pour cela, il est nécessaire de les prendre en considération à tous les niveaux de l'entreprise et aussi pour accroître la performance de l'entreprise.

L'industrie cimentière algérienne attache une importance primordiale à la qualité de ses produits. Chaque étape du processus de production fait l'objet de contrôles continus. En effet, la fabrication de ciment est garantie par un système de gestion de la qualité très strict fondé sur la norme ISO 9000. Les manuels de qualité décrivent précisément les procédures de contrôle. Leur application effective est vérifiée par des audits internes et externes.

Le laboratoire de la cimenterie garantit l'excellence du produit final. Le contrôle de la qualité du ciment intervient à toutes les étapes de sa fabrication. Des analyses sont réalisées sur la pierre (G), le cru (H), le clinker (S) et le ciment. Des analyses chimiques et des essais physiques du ciment sont réalisés par des techniciens spécialisés avec tous les équipements et les appareils de mesure exigés par les normes national et international.

Alors dans le premier chapitre on va entamer sur des généralités et des définitions sur le ciment, dans le chapitre deuxième on va présenter le procédé de fabrication de ce produit, dans le chapitre troisième on va essayer de faire des expériences concernant le thème étudié, et dans le quatrième chapitre on va noter les résultats trouvés et en fin on termine par une conclusion.

Chapitre I :

Généralités sur

les ciments

I.1 Définition de ciment

Le ciment est un liant hydraulique: une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réactions et processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

Il est obtenu par broyage fin du clinker avec une quantité nécessaire de gypse et un / ou des ajout(s) minéraux actifs (ciment composé), faite simultanément ou par malaxage minutieux des mêmes matériaux broyés séparément. [1]

Le ciment est une poudre minérale fine obtenue au terme d'un processus de fabrication très précis. Mélangée à de l'eau, cette poudre forme une pâte qui se fige et durcit, même sous l'eau. Selon la composition et la finesse de la poudre, les propriétés du ciment ne sont pas les mêmes. [2]

Le ciment est généralement fabriqué en cuisant vers 1 400°C des mélanges de calcaire et d'argile. On obtient alors des nodules durs, appelés clinkers ; c'est en broyant très finement ceux-ci, additionnés d'un peu de gypse, qu'on produit le ciment Portland.



Figure I.1: Echantillon de ciment

I.2 Historique [3]

Dans la préhistoire et au début de l'Antiquité, les maçonneries étaient soit liées à l'argile, soit réalisées sans liant, comme les murs pélasgiques de Grèce ou les murs Incas. A Babylone, les maçonneries de briques étaient liées au bitume. Les Egyptiens utilisèrent pour les pyramides, notamment, un plâtre grossier produit par cuisson d'un gypse (sulfate de calcium) impur. Les Grecs furent parmi les premiers constructeurs employant la chaux obtenue par cuisson du calcaire (carbonate de chaux). Les Romains se servirent beaucoup de la chaux dans leurs constructions, mais améliorèrent ce liant dès le Ier siècle avant J.-C., en l'additionnant

de pouzzolane soit naturelle comme les cendres volcaniques actives, soit artificielles comme les briques pilées. Ils obtinrent ainsi un liant hydraulique, appelé ciment romain, qui est en fait intermédiaire entre une chaux et un véritable ciment. Celui-ci permit de construire de grands ouvrages hydrauliques, tel le pont du Gard, ou maritimes tels les ports.

Aucun progrès ne fut accompli sur les liants pendant le Moyen Age, dont les principales constructions – cathédrales, châteaux... – doivent leur réussite surtout aux progrès réalisés dans l'art de tailler et d'assembler les pierres.

C'est seulement au XVIIIe siècle, les procédés de cuisson s'améliorant, que des chaux hydrauliques, intermédiaires entre les chaux et les ciments, furent produites. En 1756, l'Anglais Seaton, en mélangeant celles-ci avec des pouzzolanes, obtint un mortier aussi dur que la pierre de Portland. Cette élaboration fut reprise par ses successeurs. Ainsi fut introduite progressivement dans le langage l'appellation de ciment Portland.

En 1817, le Français Louis Vicat, étudiant scientifiquement et non plus empiriquement, comme ses prédécesseurs, les chaux hydrauliques, découvrit les principes chimiques des ciments et définit leurs règles de fabrication. Aussi en est-il considéré comme l'inventeur.

En 1824, l'Anglais Aspidine prit un brevet pour la fabrication d'un ciment de Portland, mais celui-là comportait encore beaucoup de points obscurs. C'est seulement en 1845 que l'Anglais Johnson indiqua de façon précise les règles de fabrication de ce produit. A la fin du

XIXe siècle, en France, Le Chamelier étudia la composition chimique des divers constituants des ciments ; son œuvre fut perfectionnée et achevée par l'Américain Bogue au XXe siècle.

En 1890, on comprit l'intérêt du laitier granule ajouté au ciment, et, après 1945, celui des cendres volantes. Les ciments spéciaux sont d'invention plus récente : le ciment alumineux fut découvert par Biad, en 1908.

En Algérie, les ciments courants sont produits conformément à la norme NA 4 42/ 2000 et ceci depuis avril 2001. L'objectif de cette norme est de spécifier la composition, les exigences et les critères de conformité des ciments courants.

- Composition de CPJ en Algérie :

Le ciment Portland composé CPJ CEM II/A 42,5 est constitué de :

- Clinker Portland : 80 à 94%.
- Ajouts : 06 à 20% (laitier, pouzzolane, calcaire).

I.3 Classification du ciment

Les ciments peuvent être classés en deux classes soit : en fonction de leur résistance normale à 28 jours soit en fonction de leur composition

I.3.1 Selon leur composition

Les ciments incorporent les composants suivants en diverses proportions : clinker et laitier de haut fourneau, éventuellement cendres volantes siliceuses et calcaires. Suivant la proportion de chacun de ces éléments, on peut les classer de manière standardisée. La désignation des ciments est en effet normalisée [4]. Depuis 1981, il existe six catégories de ciments courants reconnus :

- ◆ Ciment Portland avec ajout CPJ35
- ◆ Ciment Portland artificiel (CEM I)
- ◆ Ciment Portland composé (CEM II)
- ◆ Ciment de haut fourneau (CEM III)
- ◆ Ciment pouzzolanique (CEM IV)
- ◆ Ciment composé (CEM V).

Les ciments blancs ne constituent pas une catégorie et rentrent dans la catégorie CEM I ou CEM II.

I.3.2 Selon leur résistance normale

Il y a trois classes de la résistance normale à 28 jours des sous classes sont associées à ces trois classes afin de désigner des ciments dont les résistances à jeune âge sont élevées, ces classes sont notées classe « 32,5 », classe « 42,5 », classe « 52,5 ».

I.4 Normalisation de ciment [5]

L'Association française de normalisation (Afnor) a homologué de nombreuses normes concernant les ciments français. Elle a procédé à un classement des ciments, d'une part, par classe de résistance, d'autre part, par type de ciment (norme NF P 15-301).

Les classes de résistances sont fondées sur la résistance à la compression d'éprouvettes de mortier de ciment, conservées et essayées selon un processus d'essai défini. Trois classes principales sont fixées, désignées par leur résistance moyenne à 28 jours : 35, 45 et 55 mégapascals, plus une classe de haute performance H. P. Sauf la classe H. P., qui ne comporte que

le seuil minimal de 55 méga pascals, les classes de résistance sont caractérisées par leurs limites inférieure et supérieure, de ± 10 MPa par rapport à la valeur nominale moyenne.

Rapide. Les caractères garantis les plus importants sont les valeurs minimales de résistances mécaniques à 28 jours et à 2 ou 7 jours (selon les classes). Ainsi, la classe de résistance 45 correspond à des résistances comprise entre 35 et 55 méga pascals. Les sous-classes 45 R, 55 R et H.P.R. sont des ciments à durcissement

Les ciments des classes 55 et H.P. sont surtout utilisés lorsque des résistances mécaniques élevées sont exigées. Les ciments 45 R, 55 R et H.P.R., sont employés lorsque des résistances initiales élevées sont nécessaires.

Les principaux types de ciment (dans la classe 45) sont : le ciment Portland pur (C.P.A.) ; le ciment Portland composé (C.P.J.), contenant au moins 65 p. 100 de clinker, le reste étant du laitier, des cendres, de la pouzzolane ou du « filler » (le filler est constitué d'éléments naturels fins – inférieurs à 80 micromètres – pouvant être inertes ou actifs, comme certains calcaires), seuls ou mélangés ; le ciment de hauts fourneaux (C.H.F.), contenant entre 60 et 75 p. 100 de laitier ; le ciment au laitier et aux cendres, qui contient de 25 à 60 p. 100 de clinker (C.L.C.) ; le ciment de laitier au clinker (C.L.K.), contenant au moins 80 p. 100 de laitier. Le C.L.K. est un ciment plus rustique que les autres.

I.5 Les constituants de base

I.5.1 Les matières premières du ciment

Les ciments usuels sont fabriqués à partir d'un mélange d'environ de 80% de calcaire (CaCO_3) et de 20% d'argile ($\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$). Selon l'origine des matières premières, ce mélange peut être corrigé par apport sable et minerai de fer

Les blocs de matières sont acheminés vers des concasseurs puis stockés dans un hall de stockage. [7]

Calcaire

Le calcaire est extrait de la carrière Sidi Laroussi. Qui se situe à trois (03) kilomètres de l'usine, Cette carrière est considérée comme la plus importante par son gisement de calcaire (matière principale du ciment) et le moyen matériel consacre pour réussir les opérations d'extraction du calcaire et l'enfournement de la MP à l'usine selon les besoins exprime. Le calcaire pré concasse sur place est par la suite, achemine au moyen de deux (02) transporteurs a bandes puis il est directement stocké dans des halls de stockage.

La qualité du calcaire se trouve aux différents niveaux du gisement est très meilleur par son homogénéité et le taux de calcaire présent (CaO : 51% à 54%), ainsi qu'un taux faible des impuretés (éléments nuisibles tel que MgO et CL). [8]



Figure I.2: Le calcaire

- **Argile**

L'argile nécessaire au mélange destiné à la fabrication du ciment. L'extraction de l'argile s'effectue au niveau de la carrière MAAMRIA dans la plaine à trois (03) kilomètres de l'usine, et il est transporté par des camions jusqu'à la carrière de SIDI Laroussi. Déversée dans un concasseur argile puis stockée dans des halls couverts.

I.5.2 Matériaux de correction

- **Minerai de fer (Fe₂O₃)**

Le produit est fourni par la carrière de Rouina, Beni Saf, el Attaf, son transport est assuré par camion par camion jusqu'à la carrière de Sidi Laroussi pour alimenter fur et mesure l'usine au moyen de la langue bande selon les besoins exprimés.



Figure I.3: Minerai de fer

- **Sable siliceux**

Le sable qui devra apporter un supplément de silice (utilise comme correcteur).

L'extraction du sable siliceux s'effectue à la carrière de SIDI Aneur à (05) kilomètres de l'usine et il est transporté jusqu'à l'usine par camions. La composition chimique présente une teneur moyenne de 90% en SiO₂.



Figure I.4: Sable siliceux

- **Le gypse**

Le gypse qui est nécessaire au mélange du ciment provient Depuis la carrière de Bouzghaia, l'usine est alimentée en matière gypse transportée par camions. Ensuite il est directement stocké dans un silo. Avant son utilisation, le gypse nécessite un concassage qui s'effectue au niveau de l'usine. Les camions de transport de type KUMATSU et EUCLID.

- **Le calcaire sableux**

Les calcaires sableux sont d'origine détritique. Leur composition est forte variable en fonction des roches dont elles sont issues. Ils contiennent beaucoup de silices. [9]

- **Bauxite**

La bauxite, minéral naturel utilisé pour produire l'aluminium, et l'un des éléments métalliques les plus abondants de la croûte terrestre. La bauxite extraite est transformée par affinage en alumine, qui est ensuite transformée en aluminium par électrolyse. [10]

I.6 Les différents procédés de fabrication:

Il existe quatre méthodes de fabrication du ciment qui dépendent essentiellement du matériau:

- Fabrication du ciment par voie humide (la plus ancienne).
- Fabrication du ciment par voie semi-humide.
- Fabrication du ciment par voie semi-sèche.
- Fabrication du ciment par voie sèche (la plus utilisée).

Le tableau ci-dessous présente les opérations communes aux quatre procédés

Tableau I.1: Procédés généraux de fabrication du ciment.

<p>Opérations communes aux quatre procédés Extraction en carrière : calcaire, argile Concassage et transport</p>	
<p><u>Voie humide</u> Délayage + broyage Dosage Stockage Four</p> <p><u>Voie semi-humide</u> Filtration Boudinage four</p>	<p><u>Voie sèche</u> Pré homogénéisation Broyage + séchage Homogénéisation Four</p> <p><u>Voie semi-sèche</u> Granulation four</p>
<p>Opérations communes aux quatre procédés Broyage Gypse + ajouts (pouzzolane, laitier...) Stockage Expéditions</p>	

I.6.1 Fabrication du ciment par voie humide

Cette voie est utilisée depuis longtemps, la plus simple mais qui requiert le plus d'énergie.

Dans ce procédé, le calcaire et l'argile sont broyés finement et mélangés avec l'eau de façon à constituer une pâte assez liquide (environ 42 % d'eau). On brasse énergiquement cette pâte dans de grands bassins de 8 à 10 mètres de diamètres. Elle est continuellement malaxée et homogénéisée, ce mélange est appelé le cru. Des analyses chimiques permettent de contrôler et d'apporter les corrections nécessaires avant sa cuisson. La pâte est ensuite acheminée à l'entrée d'un four rotatif. Le clinker, à la sortie du four, passe dans des refroidisseurs pour subir une trempe.

Dans toute façon quelle que soit la méthode de fabrication, à la sortie du four, on obtient un même clinker qui est encore chaud. [11]

La longueur du four environ 200 m ; une partie du four sert à évaporer l'eau de la pâte. [12]

I.6.2 Fabrication du ciment par voie semi-humide [12]

Dans le processus semi-humide, on retrouve les mêmes étapes de préparation des matières premières, sauf que la pâte va être filtrée au travers d'un filtre presse pour arriver entre 17 et 21 % d'eau puis son introduction dans un préchauffeur, puis dans un four rotatif plus court que celui présent dans le processus de voie humide.

I.6.3 Fabrication du ciment par voie semi-sèche

Dans cette voie, on ne fabrique plus la pâte. Les matières premières sont broyées et homogénéisées. Cette farine obtenue est agglomérée sous forme de boulettes avant la cuisson.

I.6.4 Fabrication du ciment par voie sèche

Le cru est séché puis broyé. Il est ensuite homogénéisé dans de grands silos. Il est enfin introduit sous forme pulvérulente dans une tour de préchauffage où la décarbonatation se déroule partiellement, avant d'entrer dans le four proprement dit. [13]

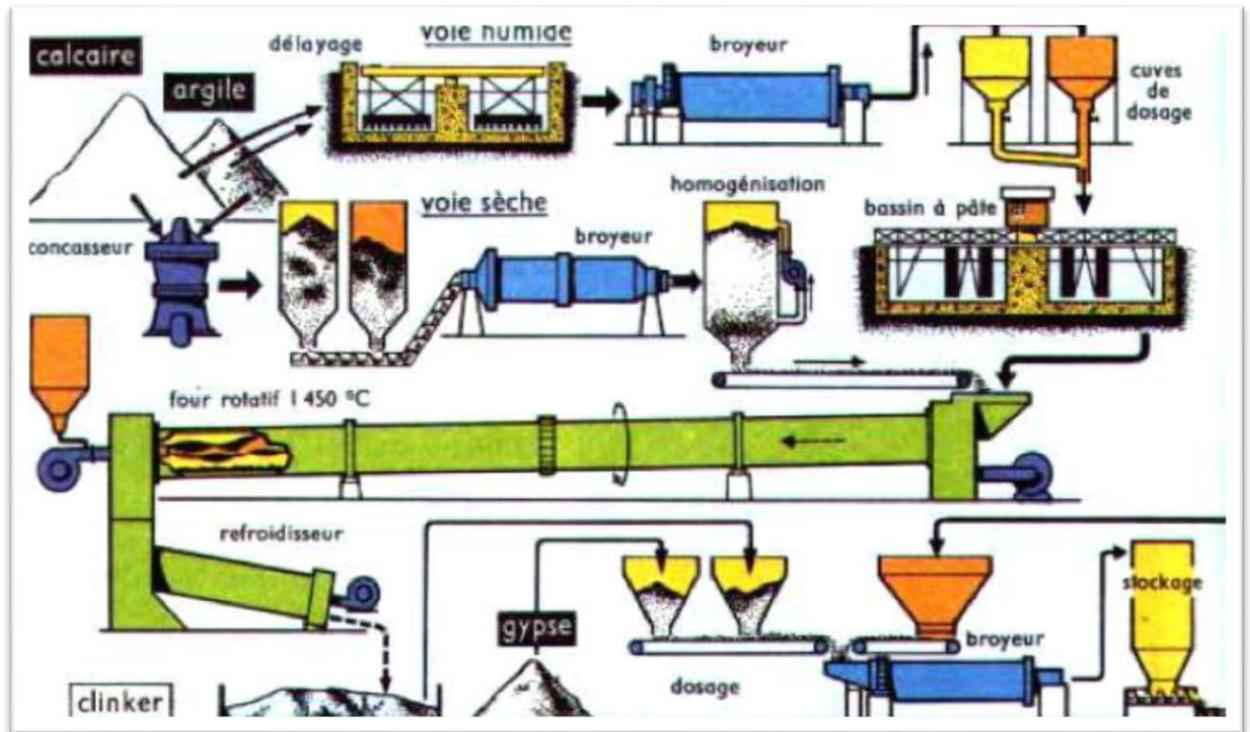


Figure I.5: Schéma de fabrication du ciment par voie humide et sèche

Chapitre II :

Présentation de

l'entreprise

Dans le monde actuel l'industrie du ciment est en croissance phénoménale, ce qui nécessite une grande quantité de matière première pour le produire. Dans ce chapitre, on va présenter l'entreprise d'une manière générale ainsi que les processus de fabrication du ciment.

II.1 Présentation de l'entreprise

II.1.1 Situation géographique de l'entreprise [6]

L'entreprise des ciments et dérivés d'ECH-CHLEF (ECDE) est située dans la zone industrielle d'Oued Sly environ 9km au sud –ouest de la ville de CHLEF, elle est construite entre 1957 et 1978 par une firme japonaise (KAWASAKI HEAVY INDUSTRY) en collaboration d'une société Belge (ACEC) pour l'installation des équipements électriques et la société Algérienne (Nord –Africain) pour le génie civil. L'entreprise des ciments et dérivés d'ECH (ECDE) est une société mono-unité créée par le décret N°82/325 du 25 octobre 1982. Elle est devenue une entreprise publique économique le 09/10/1989. Les activités de cette entreprise sont la fabrication et la commercialisation du ciment portland artificiel (CPA) et ciment portland aux ajouts (CPJ CEM II/A42.5) d'où 42.5 est la résistance à la compression pendant 28 jours en MPa et ciment résistant au sulfate (CRS).

L'unité de production couvre une superficie de 40 hectares environ, et elle est dotée de deux lignes de fabrication EAL et EALL.

Le procédé utilisé est la voie sèche pour les deux lignes EAL et EALL de production d'une capacité nominale unitaire de 3000 tonnes/jours de clinker chacune avec :

- Un concassage calcaire-Argile commun aux deux lignes.
- Un parc de pré-homogénéisation de 100000 tonnes.
- Deux ateliers de broyages cru de 290t/h chacun.
- Deux lignes de cuisson, et un atelier de stockage de clinker comportant un all couvert de 4000 tonnes et de 8 silos d'une capacité de 48000 tonnes.

Trois broyeurs à boulets d'une capacité globale de 350 t/h pour le broyeur du ciment.

II.1.2 Fiche technique de l'entreprise

Tableau II.1: Fiche technique de l'entreprise

Dénomination	Société des ciments d'oued sly
Localisation	- Commune d'oued Sly - Daïra Oued sly. - Wilaya de Chlef
Capacité de production	- 4000 tonnes de clinker par jour. - 1000000 tonnes de ciment par année.
Constructeur	- F.L SMIDTH et CIE France.
Qualité de ciment	- CPj à 42.5 MPa.
Superficie	- 41 Hectares.
Superficie occupé	- 11 hectares

II.1.3 Organigramme de l'entreprise

Cette figure représente l'organigramme filial de l'entreprise qui est dirigée par le PDG et les cadres des différents départements

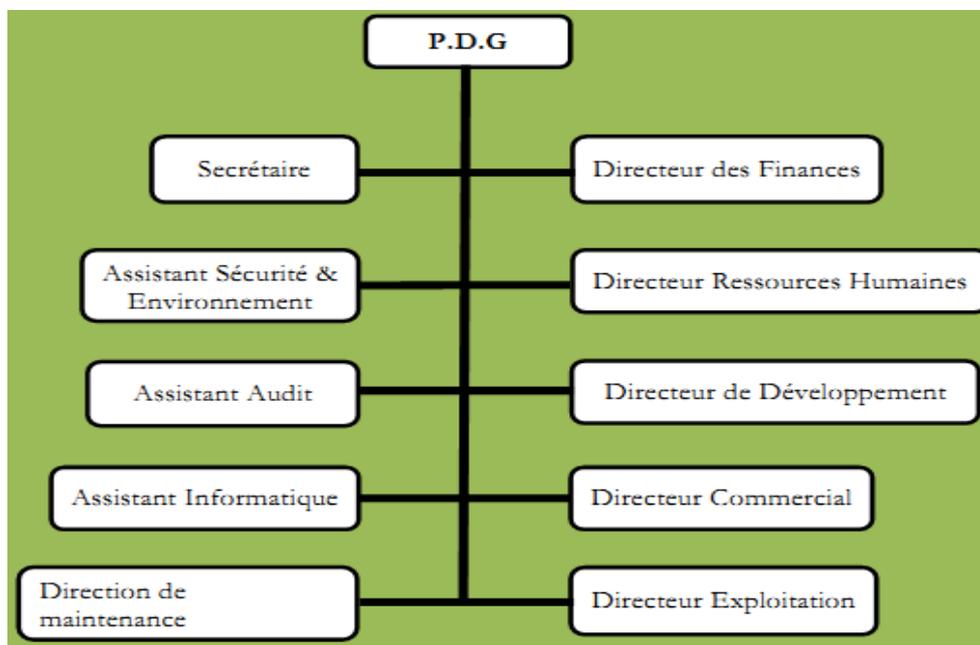


Figure II.1 : Organigramme de l'entreprise

II.1.4 Service contrôle de qualité

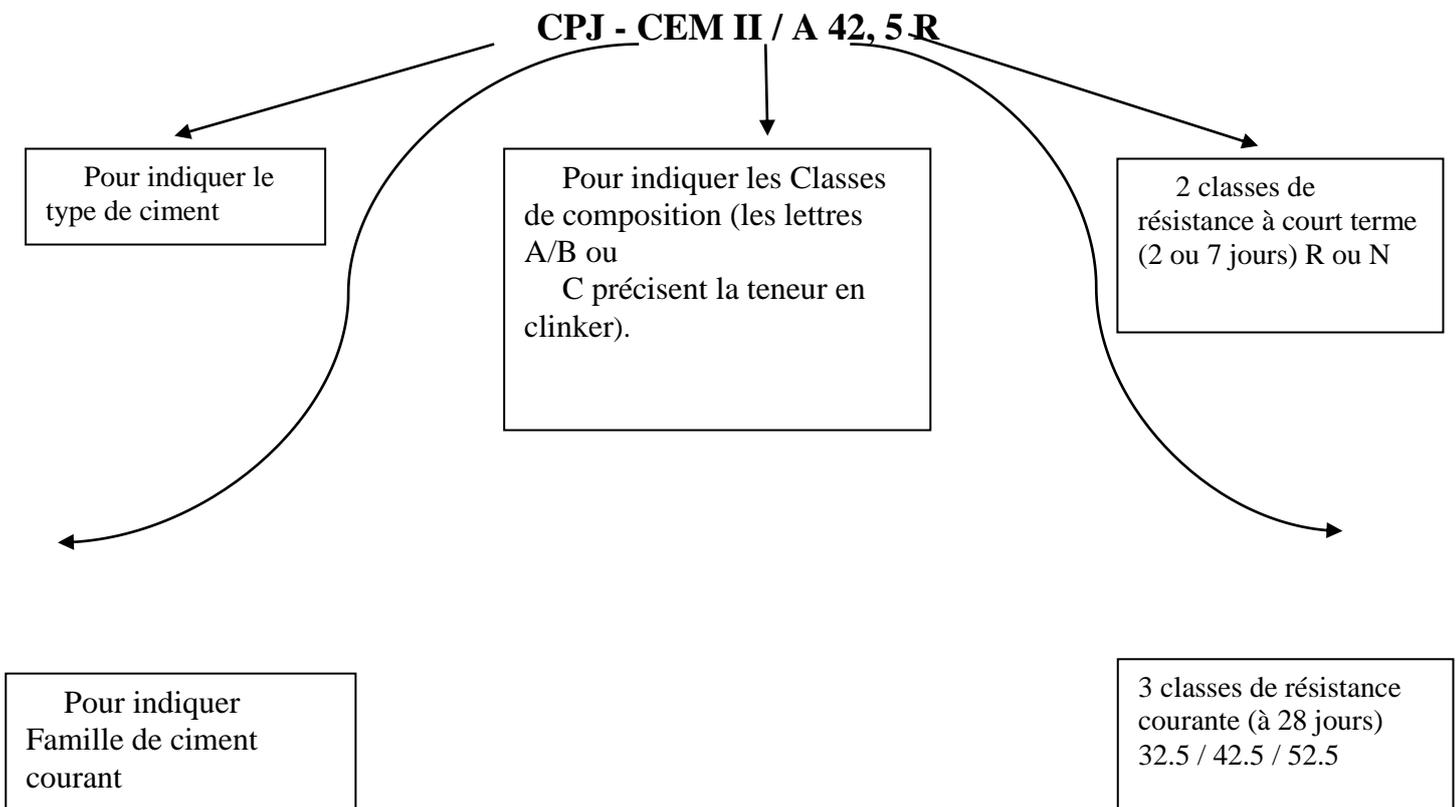
La cimenterie possède un laboratoire d'analyse chimique et des essais physiques servant à contrôler rigoureusement les métiers de fabrication, les agents font des prélèvements toutes les heures par l'analyse du clinker et du ciment, et quand la qualité du ciment dépend essentiellement de l'exactitude de sa composition physico-chimique, il est indispensable de procéder à un contrôle précis de la composition chimique des matières premières nécessaires pour la fabrication de ciment.

II.1.5 La nomenclature du ciment [6]

Une nomenclature régit le nom des produits industriels (ciments), afin de donner des indications sur sa composition, simplement à partir de son nom.

◆ Exemple du ciment de Chlef : **CPJ - CEM II / A 42, 5 R**

- Le premier chiffre romain **II** indique le type de ciment (composition).
- La lettre majuscule **A** veut dire Algérienne.
- Les chiffres **42, 5** indiquent la classe de résistance.
- Enfin, la dernière lettre indique la résistance (soit **R** au jeune âge ou soit **N** normale).



Chapitre III :

Procède de

Fabrication du

Ciment

III.1 Procédé de fabrication du ciment

La fabrication du ciment est un procédé complexe qui exige un savoir-faire, une maîtrise des outils et des techniques de production, des contrôles rigoureux et continus de la qualité.

Ce procédé comporte les étapes de fabrication suivantes :

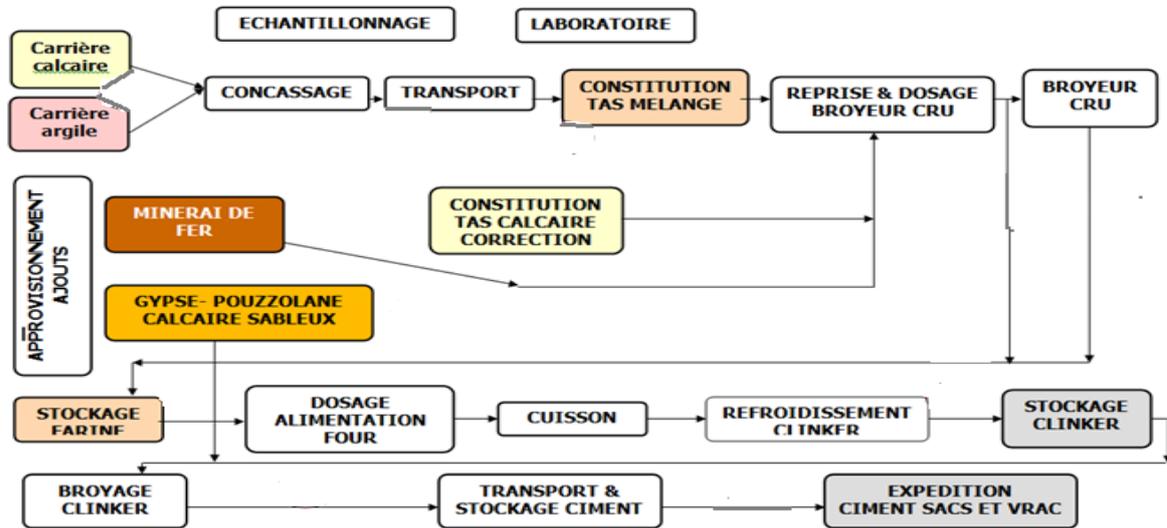


Figure III.1 : Les étapes de fabrication du ciment

III.1.1 L'extraction et la préparation des matières premières

Les matières premières (80% de calcaire et 20% d'argile) sont extraites à partir des Carrières naturelles à ciel ouvert par tirs de mines ou raclage du terrain par des engins (Scrapers). Elles sont acheminées par des dumpers ou des bandes transporteuses vers l'atelier de concassage



Figure III.2 : Carrière de Chlef

III.1.2 Concassage

Les matières arrivent à l'usine en gros blocs avec une humidité élevée et une dureté importante, alors il est obligatoire de les concasser puis les sécher, ainsi de choisir le matériel utilisé selon la grosseur des roches et la finesse désirée et du rendement escompté pour réduire la taille des blocs, le concassage consiste à soumettre les matières premières à des efforts d'impact, d'attraction, de cisaillement ou de compression.

Les concasseurs utilisés sont différents dépendent du procédé de concassage adopté et de la dureté des pierres, on trouve :

- Le concasseur à mâchoires : il est utilisé pour les matériaux abrasifs non collants
- Le concasseur giratoire
- Le concasseur à cylindre dentée : il est utilisé pour les matériaux humides très collants
- Le concasseur à marteau : il est utilisé pour les matériaux faibles à mi-dures non abrasifs [14]

III.1.3 Pré homogénéisation

La phase de pré homogénéisation consiste à mélanger les matières premières pour obtenir une composition homogène et cela en disposant la matière en couches horizontales superposées puis en la reprenant verticalement à l'aide d'une roue pelle ce qui permet de prélever en permanence une matière de composition identique. Cette opération qui se déroule dans un hall permet donc d'atteindre un dosage parfait des deux constituants essentiels du ciment (calcaire et argile).



Figure III.3 : Hall de pré homogénéisation

III.1.4 Les ajouts

Cette étape consiste à doser les différents constituants du ciment. Ainsi, plusieurs types de ciment peuvent être créés selon les produits ajoutés, appelés « adjuvants ». En général, une

petite quantité de plâtre (3 à 5%) et de gypse sont ajoutées au clinker afin de réguler les caractéristiques de prise du ciment. Si le clinker constitue en général l'élément de base du produit fini, notamment pour les ciments portland, il peut néanmoins être mélangé et broyé avec d'autres minéraux industriels ou naturels :

- Le laitier de haut-fourneau (pour obtenir un ciment écologique)
- Des cendres volantes de centrales électriques au charbon
- Des fillers (matière souvent très fines généralement à base de calcaire).

III.1.5 Préparation de cru

Ce stade, les matières premières préalablement concassées (en éléments de 50mm maximum) sont pré-homogénéisées, séchées puis broyées mécaniquement. D'autres minéraux sont en général ajoutés afin de corriger la composition chimique du mélange. Ce premier broyage permet de produire une fine poudre, c'est le « cru de ciment ». Pour produire un ciment de qualité, toutes les matières premières doivent être soigneusement dosées et mélangées. Mais elle peut varier d'une cimenterie à l'autre en fonction de la qualité du gisement

III.1.6 La cuisson

La farine avant d'atteindre le four, passe dans une tour appelée préchauffeur. Tout au long de son parcours jusqu'au four, la farine passe des cyclones obligeant la matière à circuler dans le sens opposé aux gaz chauds issus du four permettant une bonne homogénéisation des constituants et surtout une décarbonatation.

Les différentes phases de la cuisson sont les suivants :

- 1) Vaporisation de l'eau à $t = 100^{\circ}\text{C}$
- 2) Départ de l'eau combinée des argiles à $t = 450^{\circ}\text{C}$
- 3) Dissociation de CaCO_3 (décarbonatation complète) à pression atmosphérique à $t=894^{\circ}\text{C}$

C selon : $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$

- 4) Combinaison de la chaux obtenue (CaO) avec les éléments argileux qui se sont dissociés

(SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3) $t = 1450^{\circ}\text{C}$ (clinkérisation) pour obtenir le clinker. [15]

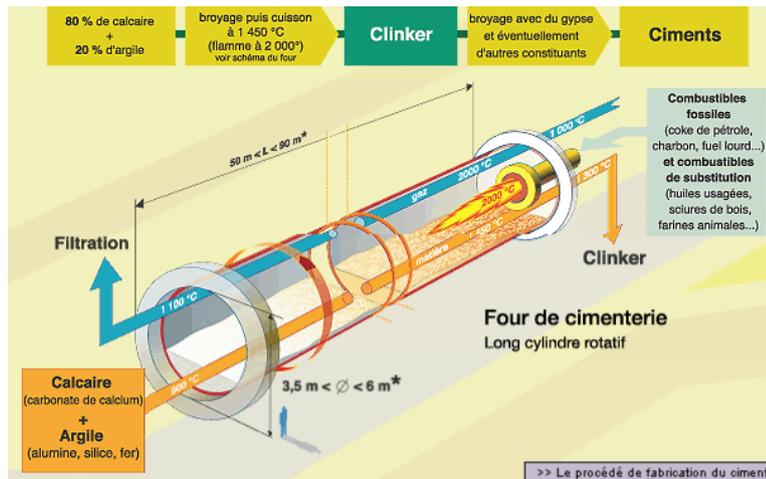


Figure III.4 : Four rotatif

Silicate tricalcique également dénommé (alite), C₃S dont la formule chimique 3CaO, SiO₂

Silicate bi-calcique ou (bélite), C₂S de formule chimique 2CaO, SiO₂

Aluminate tricalcique ou (célite) C₃A, de formule chimique 3CaO, Al₂O₃

Ferro-aluminate tétra-calcique C₄AF, de formule chimique est 4CaO, Al₂O₃, Fe₂O₃

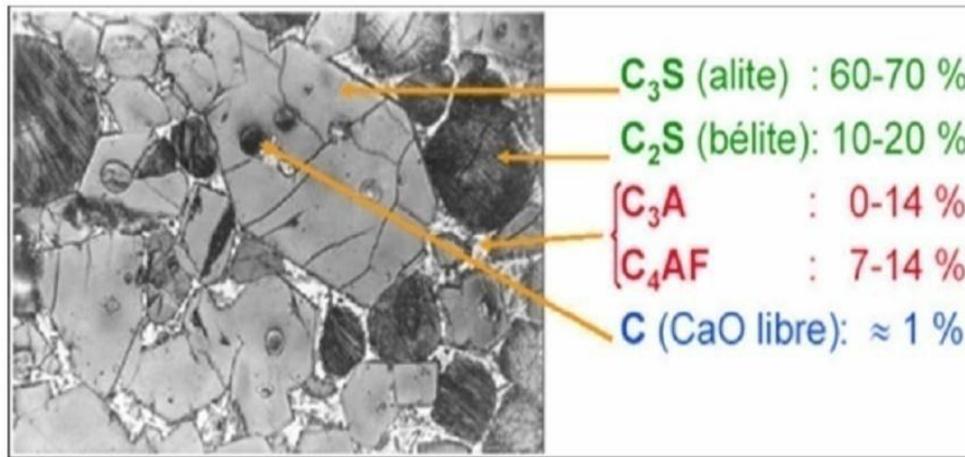


Figure III.5 : Micrographique des quatre phases principales de clinker

Tableau III.1: Caractéristiques du four rotatif [3]

Production nominale du clinker	3000T/j
Consommation calorifique garantie à Production nominale	840Kcal
Longueur totale de la virole	90000mm
Diamètre intérieur de la virole	5700/5400mm
Diamètre utile de conique d'entrée	4000mm
Epaisseur de briquetage	225mm
Diamètre utile	5250/4950mm
Vitesse de rotation	0.82-1.97tr/min
Moteur principale	500Kw

III.1.7 Refroidissement du clinker

A la sortie du four, le clinker tombe sur une grille de refroidissement rapide à travers laquelle il est soufflé par l'air froid (la trempe). Le refroidissement après cuisson joue un rôle important sur la forme et la réactivité des constituants du clinker. En effet, un refroidissement rapide permet de figer le clinker dans l'état où il se trouve aux hautes températures de cuisson. La forme minéralogique acquise lors de la clinkérisation est alors conservée aux températures ambiantes. La vitesse de refroidissement, particulièrement à partir de hautes températures, affecte donc la texture de cristallisation des composés du clinker et, par là même, leur réactivité [16]

III.1.8 Le broyage du clinker

Pour obtenir un ciment aux propriétés hydrauliques actives, le clinker doit être à son tour broyé très finement. Ce broyage s'effectue dans des broyeurs à boulets. Amènent progressivement le ciment à l'état de fine farine, ne comportant que très peu de grains supérieurs à 80 microns.

A la sortie du broyeur, un cyclone sépare les éléments suffisamment fins des autres qui sont renvoyés à l'entrée du broyeur.

C'est également lors du broyage que l'on ajoute au clinker le gypse (3 à 5%) indispensable à la régulation de prise du ciment. On obtient alors le ciment "Portland". Cette étape génère de la poussière qui est aspirée au-dessus du broyeur par ventilateur



Figure III.6 :Broyeur

III.1.9 Les expéditions

Après le broyage, le ciment est sous sa forme définitive, tel que nous le connaissons sur les chantiers. Il est alors stocké dans des silos verticaux qu'il faut entretenir régulièrement. Le ciment est ensuite extrait de ces silos par un bec verseur. Ensuite, les ciments quittent l'usine en sacs ou en vrac



Figure III.7 : Ciment prêt à vendre

III.2 Laboratoire de contrôle

Le laboratoire de contrôle dans l'industrie du ciment possède un rôle important et indispensable. C'est des contrôles effectués à chaque étape du processus de fabrication que dépend la qualité recherchée du ciment. En effet, le prélèvement continu des échantillons permet aux chimistes de contrôler régulièrement le respect des valeurs limites dans les matières premières et les combustibles. Les essais sont donc réalisés tant sur les produits semi-finis ou finis (analyse chimique et minéralogique), que sur les mortiers pour en vérifier les caractéristiques (prise, résistance mécanique).

Jusqu'à présent, les analyses étaient réalisées uniquement en différé en laboratoire. La prise d'échantillon est effectuée périodiquement en plusieurs points du processus et qui sont :

- ◆ Le gisement des matières premières afin de définir la composition exacte du cru avec les besoins d'ajouts, de corrections exigées par la fabrication.
- ◆ Le cru (farine) pour confirmer l'homogénéisation avant la cuisson.

- ◆ L'analyse des combustibles renouvelables et non renouvelables pour en tenir compte dans le calcul des proportions de matières premières (eau, silice et alumine).
- ◆ L'analyse du clinker : permettant de déterminer les composants minéraux ainsi que le taux de gypse à ajouter lors du broyage. Il n'y a pas de mode opératoire universel pour évaluer la qualité du clinker. Il existe cependant de nombreuses techniques mises au point par les cimentiers du début du siècle. Ces méthodes sont maintenant perfectionnées avec la mise au point d'analyseurs modernes et l'utilisation de l'outil informatique. La collaboration du laboratoire et des services de production doit être totale car la qualité du clinker dépend de la chimie et de la cuisson de la farine.
- ◆ Les essais pour contrôler la qualité du ciment : effectué sur des éprouvettes en mortier fabriqué avec le ciment. La résistance à la compression et à la traction est mesurée à 28 jours [18]

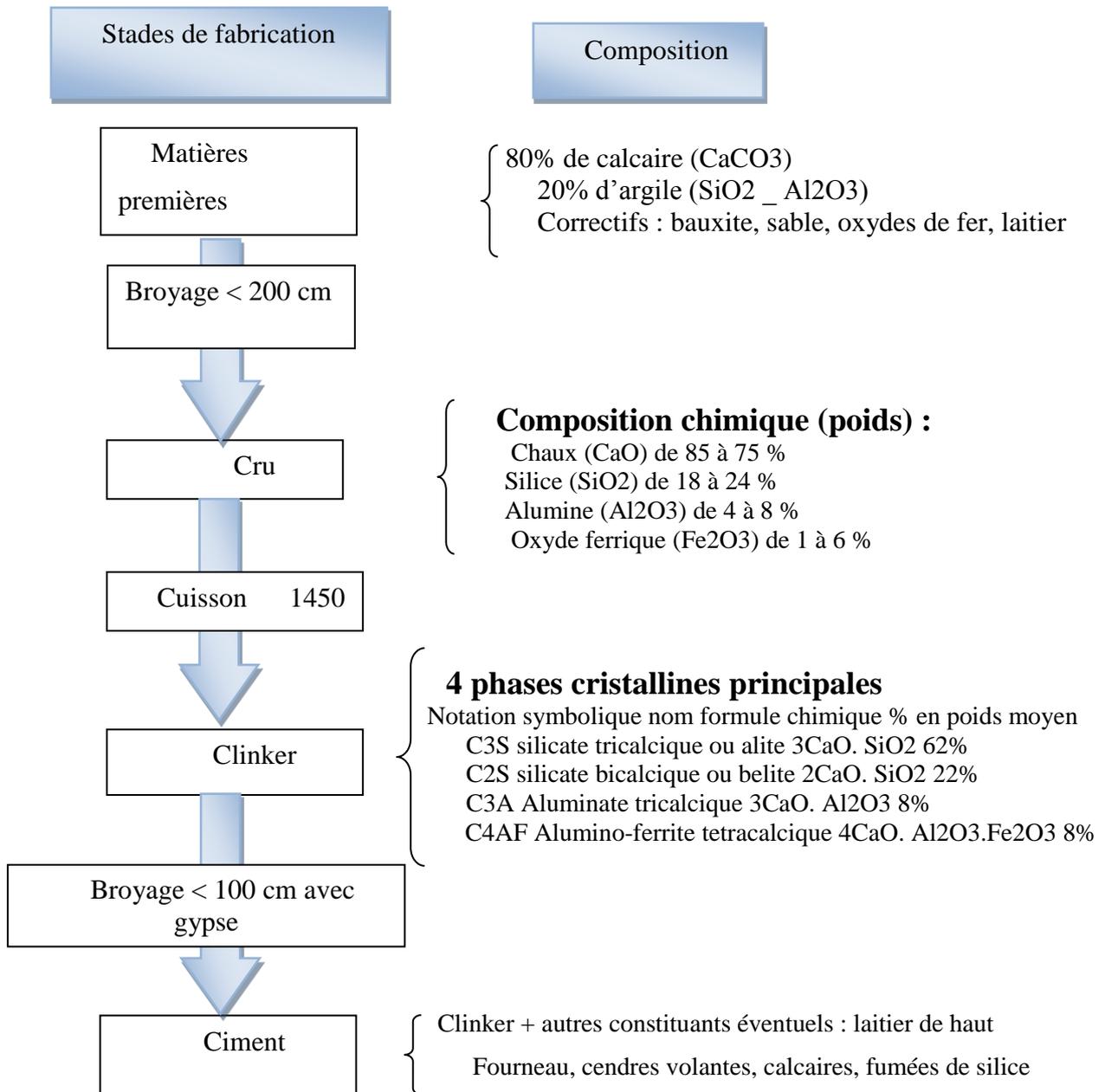


Figure III.8 : Contrôle de qualité du ciment

III.3 Salle de contrôle

Au sein de l'usine, toutes les phases, depuis la pré- homogénéisation jusqu'au chargement du clinker, sont dirigées et surveillées électroniquement à partir d'une salle de contrôle-commande centrale. Les pilotes de la salle de contrôle conduisent 24H sur 24, 7 jours sur 7 l'usine depuis leurs écrans ou s'affichent toutes les informations pour le traitement des données et la mise en mémoire.

Chaque panne ou anomalie des valeurs de mesures est signalée sur des écrans aux opérateurs.

De plus, la salle de commande est reliée avec des endroits éloignés dans l'usine par téléphone par appel-personnes et par interphone. Ceci permet de contacter le personnel travaillant dans l'usine en cas de panne, afin d'assurer une intervention rapide [18]

III.4 Principales caractéristiques de ciment

III.4.1 Propriétés chimique

- **Hydratation de ciment**

L'ajout de l'eau à du ciment donne un fluide qui se transforme assez rapidement en une masse durcie. Cette transformation est obtenue grâce à l'hydratation du ciment. Cette hydratation est un ensemble de réactions chimiques qui interviennent dès le début de gâchage et qui se poursuivent dans le temps, pendant plusieurs mois [19].

- a) **Hydratation du silicate tricalcique (C3S)**

Au contact de l'eau, le silicate tricalcique se dissout superficiellement en libérant des ions silicates $H_2SiO_4^{-4}$ des ions hydroxydes OH^- et des ions calcium Ca^{+2} dans la solution [19].

Selon Regourd, l'hydratation du C3S conduit à la formation de trois produits distincts

- Le silicate de calcium hydraté (C-S-H) suivant la réaction :



- b) **Hydratation du silicate bicalcique (β C2S)**

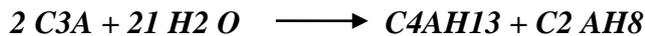
Le silicate bicalcique se comporte comme le silicate tricalcique en donnant des C-S-H semblables avec une certaine différence dans la microstructure. Cependant, les principales différences résident dans l'absence d'une sursaturation marquée en portlandite et dans un flux de libération de chaleur plus faible. Si le degré de sursaturation est en relation avec la germination du portlandien, la faible sursaturation autour des grains de β C2S peut expliquer sa réactivité moins importante par rapport à celle du C3S au jeune âge [19].

- c) **Hydratation de l'aluminate tricalcique (C3A)**

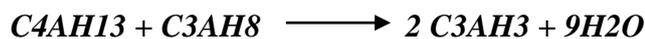
Les études portant sur l'hydratation du C3A montrent clairement l'influence de cette réaction sur le comportement rhéologique initial du ciment. Contrairement aux phases silicatées, le sulfate de calcium joue un rôle crucial sur l'hydratation du C3A et les hydrates formés sont différents

(Morphologie, structure, composition) selon que le processus d'hydratation a lieu en absence ou en présence de « gypse »

En absence de « gypse », une réaction accélérée se produit et conduit à la formation d'aluminates hydratés hexagonaux suivant la réaction :



Ces hydrates hexagonaux ne sont pas stables et se transforment au cours du temps sous l'action de la chaleur d'hydratation du C3A en hydrate cubique C3AH6, plus stable, suivant la réaction :



Ces réactions sont la cause principale de la prise rapide des ciments Portland lorsque la quantité de « gypse » présente dans le ciment est insuffisante [19].

d) Hydratation de l'aluminoferrite de calcium (C4AF)

L'hydratation du C4AF est similaire à celle du C3A. Cependant, le C4AF réagit moins vite que le C3A. Son hydratation n'est toujours pas totalement élucidée et est souvent ignorée dans les publications portant sur l'hydratation des ciments [19]. Les réactions mises en jeu lors de l'hydratation sont les suivantes :

- Sans gypse : $C4AF + H2O \longrightarrow C4(AF) H13$
- Avec gypse : $C4AF + gypse + H2O \longrightarrow C4(AF) SH12$

III.4.2 Propriété physique

a) La finesse de ciment

C'est la surface spécifique du ciment ou bien la surface totale des grains contenus dans une unité de masse exprimée en m^2 / Kg de poudre l'étude de la finesse ou surface spécifique du ciment est d'autant plus nécessaire puisqu'elle a une influence directe sur les propriétés mécaniques et rhéologiques du mortier et béton. Elle est calculée en fonction du temps au moyen de l'appareil de Blaine ou « perméabilimètre de Blaine » [20].

b) Consistance

La consistance normale caractérise la propriété rhéologique des pâtes. Elle est déterminée par la méthode décrite par la norme « NA 229 » qui consiste en la détermination de la quantité d'eau qu'il faut ajouter à une quantité de ciment préalablement pesée pour obtenir une pâte ciment [21].

c) Temps de prise

Le début ou la fin de prise dépend de plusieurs paramètres, il varie notamment suivant la composition chimique et la finesse de mouture de ciment étudié, il dépend aussi de la

température ambiante et, le cas échéant, des dosages en adjuvant, utilisés à une même température et sans adjuvant, deux ciments différents pourront se distinguer, par une plus ou moins grande rapidité de prise. L'objectif de l'essai est de définir, pour un ciment donné, un temps qui soit signification de cette rapidité de prise [21].

- **Début de prise**

Le début de prise est l'intervalle de temps qui s'écoule entre l'instant du début de gâchage et celui où l'aiguille de Vicat ne s'enfonce pas jusqu'au fond c'est-à-dire s'arrête à une distance du fond du moule conique

- **La fin de prise**

C'est le temps qui sépare le début de gâchage de ciment jusqu'au moment où la sonde portant l'aiguille ne s'enfonce plus dans la pâte.

d) Refus

La détermination du pourcentage des refus de ciment se fait après le broyage. Les refus sont déterminés pour contrôler l'état de fonctionnement du broyeur et le degré du broyage [22].

III.4.3 Propriétés mécaniques

- **Flexion-compression**

Ils ont pour but de mesurer les résistances aux différentes contraintes au bout d'un certain temps. Les essais de flexion et de compression permettent la détermination de la contrainte de rupture à la traction par flexion et compression des mortiers [19].

Chapitre IV: Matériels et Méthodes

A tous les stades de la fabrication, de la carrière à l'expédition des échantillons sont prélevés et analysés, une surveillance de la production garantit une qualité élevée constante. Les méthodes de contrôle des ciments sont décrites dans les normes Algériennes et normes équivalentes EN 197. Le traitement statistique des résultats de prélèvement à l'expédition doit reprendre aux exigences de la norme 197-1

IV.1 Méthodes chimiques

Les méthodes classiques d'analyse chimique utilisées au niveau de la cimenterie d'Oued Sly selon la norme « NA 442 » sont de deux types :

- Attaque par fusion alcaline
- Attaque par acide

IV.1.1 Attaque par fusion alcaline

L'attaque par fusion alcaline est utilisée uniquement pour la matière non cuite ; c'est-à-dire le cru dont le mode opératoire est le suivant :



Figure IV.1 : La farine crue

- On prend une capsule en platine propre et sec, et on dépose 0.5 g de matière crue puis on ajoute 0.5 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl). On mélange et ajoute 5ml d'acide concentrée (HCl) homogénéisé les compositions et on remet le couvercle en platine pour éviter de perdre notre matière
- On met le creuset dans le bain de sable jusqu'à évaporation à sec (se forme gel)



Figure IV.2 : La silice

- Refroidir, ajouter 5ml d'acide HCl diluée (1+1) (1+1 veut dire un volume d'eau bien déterminé plus un volume d'HCl).
- Passer le mélange pour la filtration, mettre le mélange dans un entonnoir et bien rincer avec l'eau distillée chaude jusqu'à 500 ml pour éliminer les chlorures



Figure IV.3 : Protocole de filtration

IV.1.2 Attaque par acide :

L'attaque par acide est utilisée pour la matière cuite ; à savoir le clinker et le ciment dont le mode opératoire [13] est le suivant :

- On pèse 2g de matière cuite et la faire introduire dans un bécher sec de 500 ml. Ajouter ensuite 10 ml d'acide perchlorique et quelques gouttes d'eau distillée. Avec une baguette, remuer jusqu'à ce que le produit soit bien solubilisé dans l'acide. Mettre l'ensemble sur un bain de sable jusqu'à séchage complet de la solution.

- Après séchage complet, on ajoute environ 150 ml d'eau distillée tiède et 10 ml d'acide chlorhydrique pur dans le bécher et on le laisse chauffer sur une plaque chauffante.
- La solution chaude est filtrée dans une fiole jaugée de 500 ml puis on complète avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge

IV.1.2.1 Dosage pour la détermination des oxydes

❖ Détermination de l'oxyde de calcium (CaO)

Dans un bécher de 600ml

Pipeter 50ml de la solution. Diluer à 200ml environ avec de l'eau distillée

Lui ajouter :

- 20ml de la solution de triéthanolamine TEA (1 ; 4)
- 10ml de solution de potasse KOH 2N a pH=13, (ou soude 2N)
- Une pincée d'indicateur calcon apparition d'une teinte violette
- Titrer avec de l'EDTA 0.03 molaire jusqu'au virage au bleu. Noter le volume, soit V_1
- le pourcentage de la chaux est calculé comme suite :

$$\% \text{CaO} = F(\text{CaO}) \cdot V_1$$



Figure IV.4 : Titrage de l'oxyde de calcium

❖ Détermination du la magnésie MgO:

Dans un bécher de 600ml

Pipeter 50ml de la solution. Diluer à 200ml environ, avec de l'eau distillée

Lui ajouter :

- 20ml de la solution TEA (1 ; 4)
- 10ml de la solution tampon à pH=10
- Une pincée de l'indicateur poudre de phtaléine (apparition d'une teinte violette)
- Titrer avec la solution de l'EDTA 0.03 molaire jusqu'au virage à la rose pâle noter le volume, soit V_2 :

Le pourcentage de la magnésie est calculé comme suit :

$$\%MgO = F (MgO) \cdot V_2$$



Figure IV.5 : Titrage de la magnésie

❖ Détermination du l'oxyde de fer Fe_2O_3 :

Dans un bécher de 600ml

Pipeter 50ml de la solution. Diluer à 200ml environ, avec de l'eau distillée

Lui ajouter :

- Quelques gouttes de bromophénol (2 à 3ml)
- Neutraliser goutte à goutte avec NH_4OH (1 ; 10) jusqu'à coloration bleue
- 25ml HCl 0.1N
- 25ml de la solution tampon pH=1.4 (jaune claire)
- Une pincée d'acide salicylique (coloration violette)
- Chauffer à environ $50^\circ C$ (à ne pas dépasser)
- Titrer avec la solution de l'EDTA 0.03 molaire jusqu'au virage au jaune pâle. Noter le volume de l'EDTA, soit V_3 :

Le pourcentage de l'oxyde de fer est calculé comme suit :

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = F(\text{Fe}_2\text{O}_3) \cdot V_3$$



Figure IV.6 : Après le titrage avec la solution de l'EDTA

❖ **Détermination de l'alumine Al_2O_3 :**

Laisser refroidir la solution ayant servi au dosage du Fe_2O_3

Lui ajouter :

- Goutte à goutte la solution d'acétate d'ammonium $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ (coloration bleu claire)
- 5ml d'acide acétique, couleur vert clair
- 20 à 25 gouttes de l'indicateur PAN jusqu'à la coloration rouge pomme
- 3 à 4 gouttes de la solution de complexonate jusqu'à l'ébullition (coloration violette), maintenir en légère ébullition
- Titrer avec la solution de l'EDTA 0.03 molaire jusqu'au virage du jaune paille, notez le volume, soit V_4

$$\% \text{AL}_2\text{O}_3 = F(\text{AL}_2\text{O}_3) \cdot V_4$$



Figure IV.7 : Titrage du l'alumine

IV.1.2.2 Détermination de la silice (SiO₂) « NA 233 »

On pèse un creuset en platine propre et sec (P1). Ensuite, on met le papier filtre et son contenu dans le creuset et puis on laisse dans le four à température d'environ 1000 °C pendant 1 heure. Retirer le creuset et faire refroidir et on prend sa pesée (P2).

Le pourcentage de la silice est déterminé selon la formule suivante :

$$\% \text{SiO}_2 = (P_2 - P_1) \times 100 / P. E$$

P.E : poids d'échantillon.

IV.1.2.3 Détermination de la chaux libre CaO

- Prélever après avoir bien homogénéisé 1g pesé à 0.0001près
- Transférer cette quantité dans un Erlenmeyer propre et sec
- Ajouter ensuite 40ml de la solution de glycérine



Figure IV.8 : La bouteille de glycérol

- Fermer avec un bouchon muni d'un tube à refus total en verre d'au moins 50cm de long
- Porter sur bain de sable et remuer à chaud de temps à autre



Figure IV.9 : Filtration de la chaux libre

- Verser goutte a goutte la solution d'acétate d'ammonium $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ de titre connu jusqu'à la disparition momentanée de la coloration rose
- Répéter l'opération jusqu'à ce que la coloration rose disparaisse totalement après une demi-heure d'ébullition
- Noter le volume d'acétate versé

Calculer le taux de la chaux libre comme suit :

$$\% \text{CaO libre} = V \text{ acétate} \cdot F \text{ acétate}$$

$V \text{ acétate}$: volume d'acétate versé

$F \text{ acétate}$: facteur d'acétate

IV.1.2.4 Détermination de la perte au feu (PAF) « NA 235 »

- On prend un creuset en platine propre et sèche puis on met 2 g de matière cuite.
- On pèse l'ensemble ; soit P_1 .
- Ensuite, On met le creuset en platine dans un four à moufle pour la calcination à température de 1000 °C pendant 1 heure.



Figure IV.10 : Creuset après sortie dans le four

- On sortit la capsule en platine et on la pèse froide ; soit P_2 . La P.A.F est déterminée selon la formule suivante :

$$PAF = (P_2 - P_1) \times 100 / 2$$

IV.1.2.5 Détermination du pourcentage de SO_3

- Dans un bécher 400ml, on pèse 1 g de matière (clinker ou ciment). Ensuite, on ajoute 20 ml HCl (1+1) puis on complète avec de l'eau distillée jusqu'au 100ml. On porte chauffée jusqu'à l'ébullition. Puis, on filtre cette solution dans un bécher (filtre rapide).
- On ajoute 20 ml de $BaCl_2$, puis on rincer avec l'eau distillée jusqu'au 200ml. On porte dans la plaque chauffant jusqu'à l'ébullition. Après cela, nous l'avons mis dans un bain de sable jusqu'à observer décanter le mélange, on filtre cette solution dans un bécher (filtre lent). On pèse un creuset en platine propre et sec (P_1).



Figure IV.11 : Filtration de SO_3 (filtre lent)

- Mettre le filtre et son contenu dans le creuset. Ensuite, on calcine au four à 800 °C pendant 30 minutes puis retirer le creuset et laisser refroidir. On pèse (P_2). Le pourcentage de SO_3 est donné par la formule suivante :

$$\% SO_2 = (P_2 - P_1) \times 34,3$$

IV.2 Méthodes physiques

IV.2.1 Mesure de la surface spécifique par la méthode Blaine « NA 231 » [23]

❖ But de l'essai

Détermination de la finesse du ciment ou bien le degré de broyage.

❖ Principe de l'essai

La méthode consiste à mesurer le temps mis par un volume d'air donné pour traverser un lit de ciment avec des dimensions et une porosité spécifique.

❖ Appareillage



Figure IV.12 : Le perméabilimètre de Blaine

❖ Mode opératoire

- On prend une masse déterminée de ciment.
- On forme un lait de ciment
- On place la grille au fond de la cellule. Appliquer sur cette grille, au moyen d'une tige à face inférieure plane et d'une équerre, un disque neuf de papier-filtre.

- On verse le liant dans la cellule en utilisant un entonnoir.



Figure IV.13 : Un entonnoir

- On donne quelques légères secousses à la cellule pour niveler la couche supérieure du liant, puis placer sur celui-ci un autre disque neuf de papier filtre.
- On tasse avec précaution au moyen du piston en évitant la remontée de la poudre au-dessus du papier filtre jusqu'à ce que le collier vienne buter contre le haut de la cellule.

On retire le piston lentement (Il est commode de pratiquer une légère rotation alternative).

- On vérifie le niveau du liquide du manomètre qui doit affleurer au trait inférieur.
- On aspire lentement au moyen de la poire l'air du tube jusqu'à ce que le niveau du liquide atteigne le trait supérieur.
- On ferme le robinet. Mettre en marche un chronomètre sensible au cinquième de seconde quand le niveau de liquide atteint le deuxième trait.



Figure IV.14 : Le trait inférieur et supérieur

- L'arrêter quand le niveau de liquide atteint le troisième trait.
- On note le temps écoulé t ainsi que la température de la pièce.
- On fait trois mesures et prendre la moyenne arithmétique des trois temps.

Le calcul est comme suit :

$$SSB = K * t \text{ (cm}^2 \text{ / gr)}$$

Où :

SSB : surface spécifique de Blaine

K : Constante de l'appareil.

t : Temps mesuré en secondes (s).

IV.2.2 Le refus « NA 229 » [24]

❖ But de l'essai

La détermination du pourcentage des refus de ciment après le broyage. Les refus sont déterminés pour contrôler l'état de fonctionnement du broyeur et le degré du broyage.

❖ Mode opératoire

On pèse 100 g de ciment. Ensuite, à l'aide d'un pinceau, on tamise sur un tamis de 90 μ .

Les particules au-dessus du tamis représentant le pourcentage du refus.



Figure IV.15 : Un tamis de 90 μ

Au niveau de laboratoire de la cimenterie de Chlef, on utilise l'appareil alpine qui nous donne le pourcentage de refus automatiquement.



Figure IV.16 : Appareil alpine

IV.3 Méthodes mécaniques

Ces essais est pour le mesures de la résistance à la flexion et à la compression

IV.3.1 Mode opératoire

❖ préparation des mortiers

- On pèse 450g de ciment et 225g d'eau. On introduit les dans un malaxeur ; on verse 1350g da sable normalisé dans le malaxeur et on met le malaxeur on marche jusqu'au l'obtention d'une pate homogène.
- Ensuite on verse le mélange dans le moule à l'aide d'une spatule et on met le moule dans l'appareil à choc pour dégager les bulles d'air et on racle la surface du moule.
- Après, on met le moule dans la chambre humide pendant 24 heures.
- Ensuite on fait le démoulage et on conserve les éprouvettes dans des casiers remplis par l'eau ; pour faire la casse de 7 jours et même de 28 jours dans notre étude.



Figure IV.17 : le sable



Figure IV.18 : le ciment



Figure IV.19 : L'appareil de choc et les moules



Figure IV.20 : L'eau de robinet



Figure IV.21 : Le malaxeur

Pour la mesure de la flexion et la compression, on fait la casse des mortiers après 7 jours et 28 jours a avec une machine d'essai mécanique.



Figure IV.22 : Machine d'essais mécaniques

Chapitre V: Résultats et Interprétations

Le traitement de l'échantillon avant l'analyse est très importante dans le monde industriel, car le mode de préparation ainsi que les conditions de traitement des échantillons influent sur les résultats.

Les quatre tableaux dans ce chapitre montrant les résultats d'analyse du ciment utilisé dans la pratique.

V.1 Analyse chimique

Les analyses sont réalisées au laboratoire d'essais chimiques. Le type de ciment utilisé est le Ciment Portland au calcaire (CEM II/A-L 42,5N). Les résultats obtenus par voie chimique et par la Détermination des oxydants sont affichés dans les tableaux ci-dessous.

V.1.1 Par voie chimique

Tableau V.1 : Analyse chimique de ciment

Constituants	Valeur	La norme
Perte au feu %	7.58	[7-8]
Teneur en anhydride sulfurique SO ₃ %	1.59	[1.5-2]

V.1.2 Détermination des oxydants

Les résultats de l'analyse chimique granulométriques sont rapportés dans le tableau suivant

Tableau V.2 : Les résultats de dosage pour la détermination des oxydes

Constituants (%)	Valeurs	La norme
CaO	62,42	61 – 64,5
MgO	0,92	0,5 - 1
Al ₂ O ₃	4,11	2,5- 5
Fe ₂ O ₃	3.22	2 – 3,5

V.1.3 Caractérisation minéralogique

Les caractéristiques minéralogiques du ciment sont illustrées dans le tableau V.3.

Tableau V.3 : Caractéristiques minéralogiques

Constituants	Valeur	Les normes
C ₃ S	63.76	[55-65]
C ₂ S	13.19	[10-20]
C ₃ A	7.84	[7-9]
C ₄ AF	10.15	[10-12]
CaO libre	0.9	/

a. Interprétation de l'analyse chimique du ciment

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

- ☞ Les résultats des analyses présentées sur le tableau IV.1 se situent dans la fourchette des valeurs de la norme algérienne NA « 442 ».
- ☞ L'augmentation de pourcentage des oxydes (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , K_2O , Na_2O_3) par rapport aux normes sélectionnées influent sur les propriétés de ciment :
 - Une cuisson difficile par manque de fondant.
 - Une prise rapide.
 - Stabilité du volume de gonflement.
 - Résistance initiale élevée.
 - Haute résistance finale.

La perte au feu (PAF) et la chaux libre (CaO) dépend de la matière ajoutée (l'ajout de calcaire), dans le ciment utilisé à la pratique. La teneur en perte au feu est moins importante par rapport à la valeur souhaitée.

V.2 Analyse physique

Les analyses ont été effectuées dans le laboratoire des essais physiques de la cimenterie.

Les résultats sont représentés par le tableau V.4.

Tableau V.4 : Analyse physique

Essai	Valeurs	Les normes
Le temps de broyage (min)	5	/
La SSB (m^2/g)	3475	≥ 2000
Le refus (%)	23,8	≤ 45

a. Interprétation de l'analyse physique du ciment

Les résultats d'analyse sont conformes à la norme algérienne « NA 442 ». Cependant, nous notons ce qui suit:

- ☞ Les ciments se présentent sous forme de poudre finement divisée. Cette finesse est une caractéristique importante car lors du gâchage, plus la surface de ciment en contact avec l'eau est grande plus l'hydratation est rapide et complète

Conclusion

Conclusion

Le but essentiel de ce travail, était de mis en évidence l'importance du contrôle de la qualité dans l'industrie cimentière et arriver à caractériser physiquement et chimiquement le ciment produit par l'unité de Chlef. En effet à travers les essais effectués et les résultats obtenus notre ciment répond bien aux attentes définies.

Le laboratoire de contrôle de qualité joue un rôle majeur dans l'industrie cimentière. Il est le plus important service au sein de l'usine puisqu'il a pour tâche la vérification de la conformité de réalisation des différentes étapes de la production, depuis les matières premières jusqu'au produit fini : le ciment. Il constitue une auto-évaluation pour le laboratoire de l'entreprise et permet d'y construire une réelle capacité de réaction et d'anticipation afin de rester conforme aux standards en vigueur et aux normes algériennes de production de ciments.

Mon stage effectué à la Société des ciments d'Oued Sly était une période précieuse pour comprendre le procédé de fabrication du ciment et essayer de saisir de plus près des sujets techniques dans le cadre de ma formation à la chimie industrielle.

Références

- [1] Mémoire préparé par W.AZZOUZ et M.REZIG le sujet Durabilité d'un mortier à base d'un ciment portland composé à la Pouzzolane CPJ-CEM II A vis-à-vis d'un milieu agressif en vue de l'obtention d'un diplôme de licence en chimie année universitaire 2012/2013
- [2] Le site web : <http://www.vicat.fr/fr/Activites/Ciment/Qu-est-ce-que-le-ciment>. Juin 2015.
- [3] http://www.lafarge.fr/wps/portal/6_5_4_1_PVD_ET?WCM_GLOBAL_CONTEXT=/wp2&s/wcm/connect/Lafarge.com/AllPV/VI47/ViFr#.Mars 2016
- [4] www.piles.setra.equipement.gouv.fr
- [5] <https://www.universalis.fr/encyclopedie/ciment/5-normalisation/Avril> 2017
- [6] Des documents de l'entreprise
- [7] M. venuat ; la pratique des ciments, mortiers et bétons. Tome 1 « caractéristiques déliant et des bétons, mise en œuvre des coulis et mortiers ». Édition2 ; collection moniteur p 277 ; 1989
- [8] Mr. Benkahla Mohamed. Rapport de training (Procédé Générale de la fabrication du ciment utilisé à l'ECDE).
- [9] Mohammed Amine Benhadda « La durabilité du mortier à base de ciment de Béni-Saf vis-à-vis de milieux basiques NaOH et NH₄OH », Diplôme d'ingénieur d'état en chimie industrielle, Génie des procédés, Université Abou-Bakr Belkaïd, 2011/2012, P.2-13.
- [10] Rio Tinto Alcan « Navire d'déchargeant de l'aluminium ». Colombie-Britannique, www.riotintoalcan.com. Date de consultation (02/2013).
- [11] Mohammed Amine Benhadda « La durabilité du mortier à base de ciment de Béni-Saf vis-à-vis de milieux basiques NaOH et NH₄OH », Diplôme d'ingénieur d'état en chimie industrielle, Génie des procédés, Université Abou-Bakr Belkaïd, 2011/2012, P.2-13.
- [12] Christophe Charron « L'industrie du ciment ; Données générales. Ecole thématique « matériaux cimentaires », 21 au 24 septembre 2008, Holcim, P.17-69.
- [13] <https://www.febelcem.be/fr/ciment-applications/fabrication-du-ciment/>
- [14] Nabila BOUALLA ; « Etude de l'influence de l'ajout de la pouzzolane sur les caractéristiques physico- chimiques des ciments » ; Université des sciences et de la technologie d'Oran - Licence 2011

[15] mémoire préparé par S. SABRI le sujet Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de Béni-Saf dans un milieu agressif. En vue l'obtention d'un diplôme magister chimie industrielle année universitaire 2014/2015

[16] www.universalis.fr/encyclopedie/ciment/ /2_fabrication _du ciment

[17] JACQUES VECOVEN (HOLCIM) – L'industrie du ciment donné générales, ATILH, Association Technique de l'Industrie des Liants Hydrauliques, Ecole thématique « Matériaux cimentaires » du 25 au 30 Septembre 2005.

[18] Zouai Khadidja (Etude du mode de fabrication du ciment et effet des matières premières-

Impact de l'utilisation du ciment sur l'environnement), Mémoire de Magister, Université Hassiba Benbouali de Chlef, Département de Génie Civil, 1 Juin 2011 32 p.

[19] Jean P. Mercier, Gérald Zambelli, Wilfried Kurz ; Introduction à la science des matériaux ; PPUR presses polytechniques, P127. 1999 ;

[20] France Bureau de recherches géologiques et minières ; Bulletin: Géologie appliquée, chronique des mines. Section II ; Éditions du B.R.G.M., p65. 1975 ;

[21] France. Ministère des travaux publics. Commission des Méthodes d'Essai des Matériaux de Construction ; Commission des Méthodes d'Essai des Matériaux de Construction: Première session, Partie 1 ; édition Imprimerie Nationale, p273. 1894

[22] Nabila BOUALLA ; « Etude de l'influence de l'ajout de la pouzzolane sur les caractéristiques physico- chimiques des ciments » ; Université des sciences et de la technologie d'Oran - Licence 2011

[23] Mohammed Amine Benhadda « La durabilité du mortier à base de ciment de Béni-Saf vis-à-vis de milieux basiques NaOH et NH₄OH », Diplôme d'ingénieur d'état en chimie industrielle, Génie des procédés, Université Abou-Bakr Belkaïd, 2011/2012, P.2-13.

[24] S.CI.BS. Système management qualité, Analyse chimique et physique, 19 p.

Les Annexes

Annexe 1 : le ciment utilisé dans la pratique

Ciment Portland au calcaire CEM II/A-L 42,5N

Le ciment Portland CEM II /A- L contient de 80 à 94 % de clinker, le reste est composé des constituants suivant repérés par la lettre L : calcaire, la lettre N signifie une résistance à court terme ordinaire.

Usages :

Le ciment Portland CEM II /A- L 42,5N est généralement utilisé pour les ouvrages en

- ❖ Béton armé, coulé sur place ou préfabriqué.
- ❖ Béton précontraint
- ❖ Béton étuvé ou auto-étuvé
- ❖ Préparation de béton, mortier, coulis et autres mélanges pour la construction et la fabrication de produit de construction.

Analyses et propriétés physico- chimiques :

Analyses chimiques :

Perte au feu %	[7-8].
Teneur en anhydride sulfurique SO ₃ %	[1,5-2].
Résidus insolubles %	[1,7-3].
Teneur en magnésie MgO %	[1,5-2].
Teneur en chlorure	≤0.01.

Composition minéralogique du clinker :

Silicates tricalciques, C ₃ S%	[55-65].
Silicates bicalciques, C ₂ S %	[10-20].
Aluminates tricalciques, C ₃ A%	[7-9].
Aluminoferrites tétra calciq, , C ₄ AF %	[10-12].

Propriétés physiques :

Consistance normale de la pate de ciment%	[25-26].
Finesse suivant la méthode de Blaine (cm ² /gr)	[4000-4300].
Expansion (mm)	[0,0-0.1].

Temps de prise à 20° C :

Début de prise (minute)	[145 -155].
Fin de prise (minute)	[290 - 300].

Résistance à la compression : (NA442/2013)

2jours, (N/mm ²)	[18-20].
28jours, (N/mm ²)	[44-48].

Annexe 2 : les normes (les tableaux sont pris du journal officiel de la république Algérienne N°40 du 2 juillet 2003).

Tableau A1 : Valeurs de la résistance à la compression des classes de ciments

Classe	Résistance à la compression (MPa)			
	Résistance au jeune âge		Résistance normal	
	2 jours	7 jours	28 jours	
32,5	/	/	≥ 32,5	≤ 52,5
32,5 R (*)	≥ 13,5	/		
42,5	≥ 12,5	/	≥ 42,5	≤ 62,5
42,5 R (*)	≥ 20	/		
52,5	≥ 20	/	≥ 52,5	/
52,5 R (*)	≥ 30	/		

Tableau A2 : Temps de début de prise des ciments.

Classe	Temps de début de prise (min)
32,5	≥ 90
32,5 R	
42,5	≥ 60
42,5 R	
52,5	
52,5 R	