

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**



Université de SAAD DAHLEB BLIDA  
Faculté des sciences et technologies  
Département de génie des procédés



**MÉMOIRE DE FIN D'ETUDES**

Pour l'obtention du diplôme de Master en génie des procédés  
**Spécialité : Génie des Matériaux**

***THEME***

**L'impact des alcalins volatiles sur la réactivité du clinker ET  
Performance de ciment**

**Présenté par :**

- SEGHIER FETOUMA RYMA
- FENNICHE ASMA

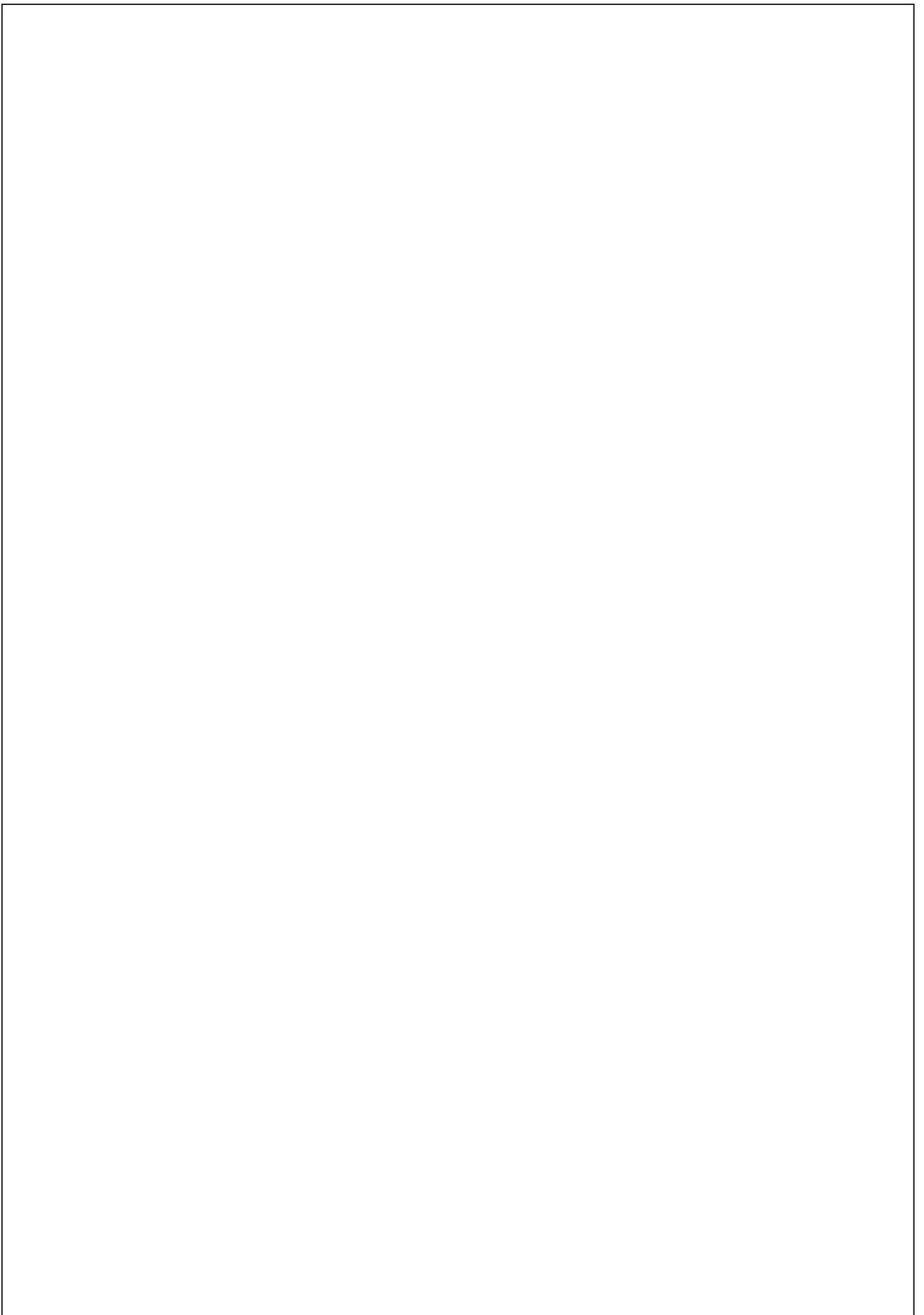
**Promoteur**

FENNICHE TAREK

**Co- Promoteur**

TOUILLE DJAMEL

***Année universitaire : 2021/2022***



## Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu le tout Puissant, pour la force, la patience et la volonté qui nous a donné pour accomplir ce travail.

Ce travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au niveau du laboratoire de la société des ciments de la Mitidja (S.C.MI), nous exprimons nos sincères remerciements à tous les responsables de l'entreprise surtout Mr. LKARCHI LAHCENE pour nous avoir accueillis dans son entreprise. Ce séjour dans le milieu industriel nous a permis de voir de près et de manipuler.

Nous remercions chaleureusement notre promoteur Mr. FANNICHE TAREK responsable de service de laboratoire à la société des ciments de la Mitidja qui nous a donné le thème et les informations nécessaires pour la réalisation de ce mémoire. Grâce à lui, nous avons pu découvrir le monde de la recherche et vivre cette expérience très riche sur le plan scientifique.

Nous remercierons aussi toute l'équipe Mr. OULD MAHMOUDI, Mm. IMENE et Mme. KHADIDJA qui nous ont accompagnés, dans chaque pas durant notre stage à l'unité de laboratoire de MEFTAH.

Nous tenons à remercier les enseignants du département génie des procédés qui ont participé à notre formation ou cours de toutes nos années d'études, et particulièrement notre Co-promoteur Mr. TOUILL DJAMEL, qui a encadré ce travail, pour sa disponibilité, pour son écoute, pour ses grandes qualités pédagogiques, ainsi que pour sa rigueur scientifique, qu'il a su me communiquer pour mener au mieux ce travail.

Nous tenons aussi à remercier l'ensemble des membres des jurys pour le grand honneur qu'ils ont fait de juger notre projet de fin de cycle, tout commençant par

Pr. BOUCHENAFI NAÏMA la présidente des jurys, et Mr l'examineur CHERIET NABIL.

Enfin, nous remercions tous ceux qui nous ont soutenu et aidé de près ou de loin.

*Dédicace*

*Je dédie ce mémoire à :*

*La plus chère au monde MIDA, aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour et le respect que j'ai toujours eu pour vous. Merci d'être toujours à mes côtés même dans les moments difficiles. Ce mémoire et le fruit de tes sacrifices ;*

*Mes très chers parents, pour lesquels j'exprime ma sincère reconnaissance pour leur soutien moral, et leurs encouragements tout au long de mes études que dieu les protège, je leur serai éternellement reconnaissant ;*

*Mon soutien moral et source de joie et de bonheur mes frères ANIS, ABDELLAH et NASSIM, je leurs souhaite une vie pleine du succès ;*

*Mes tantes et mon oncle OUAHIB qui était toujours présent quand j'avais besoin de lui ;*

*Tous mes amis avec qui j'ai passé des meilleurs moments, RYMA, NESRINE, INSAF et OUMAIMA ;*

*Toutes les personnes qui m'ont encouragé tout au long de mes études.*

*Asma.*

*Dédicaces*

*Je dédie ce mémoire*

*À mon père*

*SEGHIER MOHAMED*

*Qui m'a toujours transmis l'amour du travail et le sens du perfectionnisme et Qui m'a toujours encadré avec beaucoup d'amour et d'attention, Que Dieu lui réserve bonne santé pour continuer ce long chemin avec ma petite sœur et mon frère ;*

*À ma mère chérie*

*ABDELLAH SOUAAD*

*Qui par ses sacrifices consentis et son affection profonde m'a toujours guidé sur la voie du succès, Qu'elle trouve ici le témoignage de ma profonde reconnaissance ;*

*À mon frère HOUSSEM et ma sœur NADA, Que Dieu illumine pour eux la voie du succès et de la réussite dans leurs études ;*

*À mon frère jumeau AHMED est la source de la force de l'amour et de la fidélité ;*

*À mon oncle KARIME et sa femme*

*Pour leur soutien moral et les encouragements qu'ils m'ont toujours apportés durant mes études ;*

*À Toute la famille SEGHIER et ABDELLAH*

*À Mes amis Asma, Bouchra, Sarah, Oumaima,*

*Nesrine et Fatí.*

*Tout le personnel du département de Génie des procédés.*

*Tous ceux qui me connaissent et je connais.*

*RYMA*

# **Table des matières**

## Table des matières

Remerciements	i
Dédicace	ii
Table des matières	iv
Liste des abréviations	vii
Liste des figures	viii
Liste des tableaux	x
Résumé	xi
Introduction générale	1

### Partie bibliographique

#### Chapitre I

##### Présentation de la cimenterie de MEFTAHA

I.1. Introduction	3
I.2. Présentation de l'entreprise	3
I.2.1. Historique	3
I.2.2. Date de mise en service	4
I.2.3. Localisation	4
I.3. Généralité sur le ciment	5
I.3.1. Définition	5
I.3.2. Constituants de base du ciment	6
I.3.3. Classes de résistance du ciment	6
I.3.4. Hydratation du ciment	7
I.3.4.1. Hydratation du silicate tricalcique ( $C_3S$ )	7
I.3.4.2. Hydratation du silicate bicalcique ( $C_2S$ )	7
I.3.4.3. Hydratation des aluminates ( $C_3A$ et $C_4AF$ )	7
I.4. Processus de fabrication du ciment dans l'SCMI	9
I.4.1. Introduction	9
I.4.2. Extraction	10
I.4.3. Préparation de la matière première	11
I.4.4. Broyage du cru	11
I.4.5. Homogénéisation	12
I.4.6. Préchauffage, cuisson et refroidissement du clinker	12
I.4.7. Stockage du clinker	15

I.4.8. Broyage du ciment	15
I.4.9. Expédition du ciment	16

## **Chapitre II**

### **Etude bibliographique de l'influence des éléments mineurs sur la réactivité du clinker**

II.1.Introduction	17
II.2.Composition chimique de clinker	17
II.3.Les principales phases du clinker	18
II.3.1.Les silicates tricalciques (C <sub>3</sub> S)	19
II.3.2.Les silicates bicalciques (C <sub>2</sub> S)	20
II.3.3. L'aluminate tricalcique (C <sub>3</sub> A)	20
II.3.4. L'aluminoferrite tétracalcique (C <sub>4</sub> AF)	21
II.4. Les composés mineurs du clinker	21
II.5. L'influence des éléments mineurs	22
II.5.1 Sur la qualité du clinker	22
II.5.2. Sur le processus	23

### **Partie expérimental**

## **Chapitre III**

### **Matériel et Méthodes**

III.1.Introduction	24
III.2.Matériaux utilisés	24
III.2.1. Clinker	24
III.2.2. Gypse	24
III.2.3. Calcaire	24
III.2.4. Ciment	24
III.3. Analyse chimique	25
III.3.1. Analyse par Spectrométrie de fluorescence X (XRF)	25
III.3.1.1. Définition	25
III.3.1.2. Préparation des échantillons d'analyse	25
III.3.2. Analyse par diffractions de rayon X (DRX)	26
III.3.2.1. Définition	27
III.3.3. Détermination de la chaux libre CaO <sub>L</sub>	27

III.3.3.1. Mode opératoire	27
III.3.4. Calcul de la composition minéralogique et des modules tests du clinker	28
III.3.5. Détermination de l'humidité du gypse	29
III.3.5.1. Mode opératoire	29
III.3.6. Détermination de la perte au feu (PAF) du gypse et du ciment	29
III.3.6.1. Mode opératoire	30
III.4. Analyse physique	30
III.4.1. Détermination de la surface spécifique BLAINE	30
III.4.1.1. Mode opératoire	30
III.4.2. Détermination du pourcentage refus du ciment	31
III.4.2.1. Mode opératoire	31
III.4.3. Essai de pris	32
III.4.3.1. Mode opératoire	33
III.4.4. Essais mécaniques	34
III.4.4.1. Préparation des éprouvettes de mortiers	34

## **Chapitre IV**

### **Résultats est discussions**

IV.1. Introduction	36
IV.2. Analyse chimique des échantillons	36
IV.2.1. Résultats de la fluorescence X (XRF)	36
IV.2.2. Résultats de la Diffraction de rayon X (DRX)	37
IV.2.3. Résultat de la chaux libre CaO <sub>L</sub>	38
IV.2.4. Résultat de la PAF et Humidité	39
IV.3. Analyse physique et mécanique de ciment	40
IV.3.1. Refus	40
IV.3.2. Surface spécifique par la méthode Blaine	40
IV.3.3. Temps de prise	41
IV.3.4. Résistance à la compression	42
Conclusion générale	44
Annexes	45
Bibliographie	xii

## **Liste des abréviations, figures et tableaux**

## Liste des abréviations

<b>S.C.MI</b>	: Société des ciments de la Mitidja.
<b>G.I.C.A</b>	: Groupe industriel Algérien du ciment.
<b>NA</b>	: Norme Algérienne.
<b>NF</b>	: Norme Française.
<b>CaO<sub>L</sub></b>	: Chaux libre.
<b>C<sub>2</sub>S</b>	: Silicate bicalcique (Bélite).
<b>C<sub>3</sub>S</b>	: Silicate tricalcique (Alite).
<b>C<sub>3</sub>A</b>	: Aluminate tricalcique (Célite).
<b>C<sub>4</sub>AF</b>	: Aluminoferrite de calcium (Félite).
<b>XRF</b>	: Spectrométrie de fluorescence X.
<b>DRX</b>	: Diffractions de rayon X.
<b>PAF</b>	: Perte au feu.
<b>SSB</b>	: Surface spécifique Blaine.
<b>DP</b>	: Début de prise.
<b>FP</b>	: Fin de prise.
<b>RC</b>	: Résistance à la compression.

## Liste des figures

<b>Figure I.1</b> : La société des ciments de la Mitidja (S.C.MI).	3
<b>Figure I.2</b> : Localisation de la région de MEFTAH.	4
<b>Figure I.3</b> : Poudre de ciment.	5
<b>Figure I.4</b> : Constituants de base de ciment.	6
<b>Figure I.5</b> : Les étapes de fabrication du ciment par voie sèche.	10
<b>Figure I.6</b> : Silo d'homogénéisation.	12
<b>Figure I.7</b> : Four rotatif.	13
<b>Figure I.8</b> : Refroidisseur à grille.	14
<b>Figure I.9</b> : Silo de stockage de clinker.	15
<b>Figure I.10</b> : Silo de stocke de ciment.	16
<b>Figure I.11</b> : Expédition de ciment.	16
<b>Figure II.1</b> : Micrographie de clinker montrant ses quatre phases cristallines principales.	19
<b>Figure II.2</b> : Le $C_2S$ et $C_3S$ sous microscope optique.	20
<b>Figure II.3</b> : Le $C_3A$ en microscope optique.	21
<b>Figure II.4</b> : Image de $C_3A$ et $C_4AF$ sous microscope optique.	21
<b>Figure III.1</b> : Concasseur utilisé.	26
<b>Figure III.2</b> : Broyeur à billes.	26
<b>Figure III.3</b> : Pastilleuse d'échantillon.	26
<b>Figure III.4</b> : Appareil d'analyse XRF.	26
<b>Figure III.5</b> : Appareil de difractions de rayon X (DRX).	27
<b>Figure III.6</b> : Appareillage utilisé pour la détermination de la chaux libre.	28
<b>Figure III.7</b> : Etuve de séchage.	29
<b>Figure III.8</b> : Four de calcination.	30
<b>Figure III.9</b> : Appareil de Blaine.	31
<b>Figure III.10</b> : Tamiseuse ALPINE.	32
<b>Figure III.11</b> : Appareil Vicat manuel.	32
<b>Figure III.12</b> : Cuve de malaxeur.	34
<b>Figure III.13</b> : Moules d'éprouvettes.	35
<b>Figure III.14</b> : Table à choc.	35
<b>Figure III.15</b> : Chambre humide.	35
<b>Figure III.16</b> : Appareil d'essais de compression.	35

<b>Figure IV.1 :</b> Variation de temps de prise du ciment en fonction de l'aluminate orthorhombique.	41
<b>Figure IV.2 :</b> Histogramme de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de C <sub>3</sub> A orthorhombique.	42
<b>Figure IV.3 :</b> Histogramme de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de C <sub>3</sub> A.	43

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b> : Produits d'hydratation du clinker	9
<b>Tableau I.2</b> : Composition approximative du cru.	12
<b>Tableau II.1</b> : Les compositions chimiques du clinker.	18
<b>Tableau II.2</b> : Phases principales du ciment Portland et leurs caractéristiques.	19
<b>Tableau III.1</b> : Composition des ciments.	25
<b>Tableau IV.1</b> : Résultats de la fluorescence X (XRF) de clinker.	36
<b>Tableau IV.2</b> : Résultats de la fluorescence X (XRF) de Gypse.	36
<b>Tableau IV.3</b> : Résultats de la fluorescence X (XRF) de Calcaire.	37
<b>Tableau IV.4</b> : Résultats de la fluorescence X (XRF) de ciment.	37
<b>Tableau IV.5</b> : Résultats de la Diffraction de rayon X (DRX) de clinker.	38
<b>Tableau IV.6</b> : Résultats de la chaux libre de clinker.	38
<b>Tableau IV.7</b> : Résultat de la chaux libre du ciment.	39
<b>Tableau IV.8</b> : Résultats de la PAF et l'humidité de Gypse.	39
<b>Tableau IV.9</b> : Résultat de la perte au feu du ciment.	39
<b>Tableau IV.10</b> : Résultats de la finesse 45 $\mu$ m.	40
<b>Tableau IV.11</b> : Résultats de la surface spécifique Blaine.	40
<b>Tableau IV.12</b> : Résultats du temps de prise DP et FP.	41
<b>Tableau IV.13</b> : Analyse des résistances mécanique de compression.	42
<b>Tableau A.1</b> : Caractéristiques physiques et mécaniques de CEM C.	46
<b>Tableau A.2</b> : Caractéristiques chimiques de CEM C.	46
<b>Tableau A.3</b> : Exigences mécaniques et physiques définies en termes de valeurs caractéristiques.	48

# Résumé

## RÉSUMÉ

Cette étude est basée sur la comparaison des propriétés chimiques, physiques et le comportement mécanique de deux formulations de ciment fabriquées à partir de deux échantillons de clinker présent un niveau d'alcalins différent sur la formation des phases (pourcentage différent d'aluminate tricalcique  $C_3A$  de forme orthorhombique et cubique). Différents analyses ont été faits tels que : étude chimique, physique et mécanique. Les résultats obtenus montrés que l'augmentation de la forme du  $C_3A$  cubique améliore la résistance mécanique à la compression et le temps de prise du ciment.

Mots clés : ciment, cuisson, sulfate, éléments mineurs du clinker et du ciment, volatils, réseaux cristallin, résistance, gypsage du cru, hydratation du ciment.

## ABSTRACT

This study is based on the comparison of chemical, physical and mechanical properties of two cement formulations made from two clinker samples with different alkali levels on the phase formation (different percentage of tricalcium aluminate  $C_3A$  of orthorhombic and cubic form). Different analyses were made such as chemical, physical and mechanical study. The results obtained showed that the increase of the cubic  $C_3A$  shape improves the mechanical resistance to compression and the setting time of the cement.

Key words: cement, firing, sulphate, minor elements of clinker and cement, volatiles, crystal lattices, strength, raw gypsum, cement hydration.

## ملخص

تعتمد هذه الدراسة على مقارنة الخواص الكيميائية والفيزيائية والسلوك الميكانيكي لصيغتين من الاسمنت مصنوعان من عينتين من الكلنكر يقدمان مستوى مختلفا من القلويات عند تكوين الأطوار (نسبة مختلفة من ثلاثي الكالسيوم ألومينات لتقويم العظام ومكعب الشكل). تم إجراء تحليلات مختلفة مثل: دراسة كيميائية وفيزيائية وميكانيكية. أظهرت النتائج

المتحصل عليها أن زيادة شكل مكعب يحسن المقاومة الميكانيكية للضغط ووقت ضبط الاسمنت.

الكلمات المفتاحية: الاسمنت، الحرق، الكبريتات، العناصر الثانوية من الكلنكر والاسمنت، المواد

المتطايرة، المشابك البلورية، القوة، الجبس الخام.

# **Introduction générale**

## Introduction générale

Le ciment parmi les produits indispensables dans la vie quotidienne car ces dernières années, notre pays est devenu un grand chantier ouvert. De nombreux projets de construction économiques et sociaux ont été construits, d'autres sont en cours de réalisation, ce qui justifie la forte demande sur le ciment à cause de ses performances mécaniques, sa tenue au feu et son coût compétitif.

Le ciment est un liant hydraulique se présente sous forme d'une poudre très fine. Les ciments actuels se composent d'un mélange de clinker, gypse et certains ajouts pour améliorer les propriétés de ce matériau.

La qualité du ciment dépend surtout de la composition chimique des matières premières qui entrent dans la synthétisation du clinker. L'étape de fabrication de ce produit intermédiaire représente la partie la plus coûteuse dans le procédé entier de fabrication. Certes plus la proportion du clinker dans le ciment est importante plus la qualité est parfaite, plus le coût de fabrication est élevé. Sur ces liens entre la qualité du ciment, la quantité du clinker et le coût de fabrication, le clinker doit subir un contrôle strict et rigoureux [1].

Le clinker est obtenu par calcination (1450 °C) d'un mélange de matière première, composé d'environ 80 % de calcaire et 20 % d'argile, (farine crue) contenant des éléments couramment exprimés en oxydes CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et d'autres éléments mineurs.

Plusieurs paramètres affectent le développement de la résistance et les performances du ciment, parmi lesquels les alcalis volatils affectant les formes cristallines des minéraux du clinker en particulier le C<sub>3</sub>A (Aluminate tricalcique) qui se présente sous des formes cubiques et orthorhombiques selon la présence des éléments volatils dans son réseau cristallin.

Au cours de ce travail, deux clinkers de différentes teneurs en alcalins ont été utilisés pour la préparation des échantillons de ciment. Ce qui a permis d'évaluer l'impact des alcalins sur les performances du ciment correspondantes à la résistance à la compression, et le temps de prise.

Ce mémoire est constitué de quatre chapitres, répartie en deux chapitres pour la synthèse bibliographique et deux autres chapitres pour le travail expérimental.

- Le premier chapitre est consacré à la présentation de l'entreprise.
- Le deuxième chapitre concerne une bibliographie sur la réactivité du clinker.

- Le troisième chapitre présente la méthodologie expérimentale suivie et les différents matériaux utilisés.
- Le quatrième chapitre présente les résultats obtenus et leurs interprétations.

Enfin, une conclusion générale clôtura ce mémoire en synthétisant les principaux résultats obtenus par notre travail.

**Chapitre I**  
**Présentation de la cimenterie de MEFTAHA**

## I.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons succinctement la société des ciments de la Mitidja ainsi que son processus de fabrication du ciment.

## I.2. Présentation de l'entreprise

La société des ciments de la Mitidja (S.C.MI) est une filiale du groupe industriel des ciments de l'Algérie (G.I.C.A).

La cimenterie de MEFTAH (figure I.1) est l'une des 14 cimenteries du Groupe (G.I.C.A) avec un capital social de 1.400.000.000 DA. Sa principale activité est la production et la commercialisation du ciment (01 million de tonnes par an) avec un effectif globale de 490 salariés.



**Figure I.1 :** La société des ciments de la Mitidja (S.C.MI).

### I.2.1. Historique

Le projet de la cimenterie de MEFTAH s'est inscrit dans le cadre du plan quadriennal 1970-1973, il a été individualisé par décision n° 71-20 DI du 10 mars 1971, la formule de réalisation retenue est celle du lot par lot, par l'ingénieur conseil canadien Surveyer Nenninger et Chenevert (S.N.C).

Avant 1998 la S.C.MI été une filiale de l'entreprise régionale du ciment centre (E.R.C.C).

En 1998 la société des ciments de la Mitidja comprenait une seule unité « La cimenterie de MEFTAH).

En Septembre 2008 la S.C.MI entre en partenariat avec groupe LAFARGE (35% LAFARGE et 65% S.C.MI) et un contrat de management de 10 ans «S.C.MI-LAFARGE».

En 2018 La S.C.MI reprenne son management (Fin de contrat).

### I.2.2. Date de mise en service

- 31 janvier 1975 : démarrage du cru.
- 06 mai 1975 : allumage du four.
- 01 septembre 1975 : production de ciment.
- 06 Novembre 1975 : Commercialisation du ciment.

### I.2.3. Localisation

La Cimenterie de MEFTAH est localisée à proximité de la route nationale n°29, Reliant la commune de MEFTAH à celle de KHEMIS-EL-KHECHNA. Elle est implantée dans la commune de MEFTAH, Daïra de MEFTAH, Wilaya de BLIDA. Elle est située à 27 km au sud-est d'ALGER. Elle est à une dizaine de kilomètres de la gare d'OUED SMAR et à une quinzaine de kilomètres de l'aéroport international d'ALGER [2].



**Figure I.2 :** Localisation de la région de MEFTAH.

### I.3. Généralité sur le ciment

#### I.3.1. Définition

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

D'après la norme "AFNOR", le ciment est défini comme étant une matière finement broyée composée d'un pourcentage de clinker portland et d'ajouts (gypse, pouzzolane,..) [3].

D'un point de vue minéralogique, le ciment peut être défini comme un mélange d'oxyde basique CaO noté C, et d'oxydes acides ou amphotères comme SiO<sub>2</sub> noté S, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> noté A, ou Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> noté F, en notation cimentaire [4]. Il existe trois grandes catégories de ciments hydrauliques :

- **Les ciments Portland** : constitués majoritairement de silice et de chaux [4] est une poudre de grains anhydres essentiellement composée de clinker et de sulfate de calcium dans un rapport massique d'environ 95-5%. Le clinker est obtenu par cuisson à 1450°C d'un mélange d'argile et de calcaire dans une proportion de 20-80% [5].
- **Les ciments fondus** : sont une alternative intermédiaire entre les ciments portland et les ciments réfractaires.
- **Les ciments alumineux** : forment le groupe des ciments réfractaire, le terme ciment alumineux fut utilisé quand ce type de ciment contenant 32-45% d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, a été utilisé après la guerre mondiale, pour le distinguer des ciments type portland qui contiennent moins d'alumine et plus de silice [6].



Figure I.3 : Poudre de ciment.

### I.3.2. Constituants de base du ciment

Le ciment est constitué essentiellement à partir de quatre éléments de base :

- la chaux  $\text{CaO}$  (désignation simplifiée « C ») plutôt basique.
- la silice  $\text{SiO}_2$  (désignation simplifiée « S »).
- l'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (désignation simplifiée « A »).
- l'oxyde de fer  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (désignation simplifiée « F ») plutôt acide.

Ces quatre éléments de base ne se trouvent pas dans la nature dans des états adéquats favorisant l'émergence des liants hydrauliques. En effet, la roche calcaire  $\text{CaCO}_3$  se décarbonate à environ  $900^\circ\text{C}$  pour donner de la chaux libre  $\text{CaO}$ . Les trois oxydes ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) abondent dans la nature sous forme cristallisée et stable (sable, argiles, etc.). Ils doivent donc subir un traitement approprié vers  $1450^\circ\text{C}$  pour les amener dans un état de réactivité [7]. Le ciment possède aussi une faible quantité du gypse, environs 3,5% en masse.



**Figure I.4 :** Constituants de base du ciment.

### I.3.3. Classes de résistance du ciment

Il existe deux grandes classes de résistance du ciment :

La résistance courante d'un ciment est la résistance à la compression (exprimée en MPa), déterminée conformément à la norme NA 234, mesurée à 28 jours. Chaque classe de résistance courante, correspondent trois (3) classes de résistance à court terme :

- ✓ Une classe de résistance à court terme ordinaire, notée N.
- ✓ Une classe de résistance à court terme Elevée, notée R.

- ✓ Une classe de faible résistance à court terme, notée L. La classe L est uniquement applicable aux ciments CEM III qui sont alors des ciments de haut fourneau.

La résistance à court terme d'un ciment est la résistance à la compression, déterminée conformément à la norme NA 234, à 2 ou 7 jours. Elle doit être conforme aux exigences du tableau A.3.

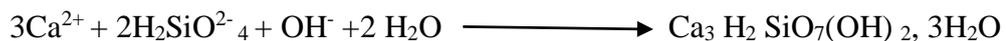
### I.3.4. Hydratation du ciment

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 [8].

#### I.3.4.1. Hydratation du silicate tricalcique (C<sub>3</sub>S)

Au contact de l'eau, le silicate tricalcique se dissout superficiellement en libérant des ions silicates  $\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$  des ions hydroxydes  $\text{OH}^-$  et des ions calcium  $\text{Ca}^{2+}$  dans la solution [8]. Selon Regourd, l'hydratation du C<sub>3</sub>S conduit à la formation de trois produits distincts

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



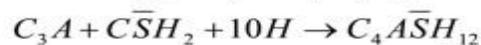
#### I.3.4.2. Hydratation du silicate bicalcique (C<sub>2</sub>S)

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 de la portlandite, la faible sursaturation autour des grains de  $\beta\text{C}_2\text{S}$  peut expliquer sa réactivité moins importante par rapport à celle du C<sub>3</sub>S au court terme [8].

#### I.3.4.3. Hydratation des aluminates (C<sub>3</sub>A et C<sub>4</sub>AF)

**C<sub>3</sub>A + Eau** → Réaction prompte ; induit une prise rapide limitant le temps de mise en œuvre.

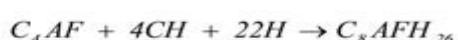
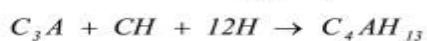
**Mais**, en présence de **gypse** ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), la réaction suivante ce produit :



Couche protectrice d'**Ettringite**



Après consommation de gypse (2 à 3 heures) ;



aluminates de calcium hydraté (CAH).

L'hydratation des aluminates étant très rapide, les cimentiers ajoutent du sulfate sous forme de gypse au clinker pour contrôler ces réactions. Ainsi, les réactions avec les aluminates se font en plusieurs étapes :

- Étape 1 : Formation d'ettringite (phase AFt)

Les aluminates réagissent avec le sulfate du gypse pour former de l'ettringite :

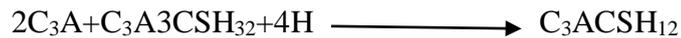


**Avec:** S=SO<sub>3</sub> (anhydride sulfurique).

Cette période de fort dégagement de chaleur correspond à la période de pré-induction, ou période dormante. Une couche d'hydrates vient entourer les aluminates qui forment alors une couche protectrice autour du grain.

- Étape 2 : Transformation de l'ettringite en mono-sulfate de calcium hydraté

Lorsque la source de gypse s'est épuisée, la concentration en sulfates de la solution baisse. L'ettringite devient alors instable et se dissout pour former du mono-sulfate de calcium hydraté (appelé AFm) :



Cette période est aussi appelée période d'accélération : les réactions chimiques s'intensifient.

- Étape 3 : Hydratation des aluminates résiduels

Une fois que l'ettringite a fini sa transformation, les aluminates restants réagissent avec l'eau afin de donner trois types d'hydrates : C<sub>2</sub>AH<sub>8</sub>, C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub> et C<sub>3</sub>AH<sub>6</sub> [9].

Une pâte de ciment Portland hydraté contient approximativement 15 à 25 % (en masse) de portlandite, 60 à 70 % de C-S-H et 5 à 15% de phases aluminates [10]. Les produits d'hydratation des différentes phases du clinker sont récapitulés dans le tableau I.1.

**Tableau I.1 : Produits d'hydratation du clinker [10].**

Anhydres	Hydrates
C <sub>2</sub> S C <sub>3</sub> S	C-S-H (silicates de calcium hydratés) CH (la portlandite)
C <sub>3</sub> A	C <sub>3</sub> AH <sub>6</sub> C <sub>4</sub> AH <sub>13</sub> En présence de gypse : C <sub>3</sub> A.3CaSO <sub>4</sub> .32H <sub>2</sub> O (ettringite) C <sub>3</sub> A.CaSO <sub>4</sub> .12H <sub>2</sub> O (monosulfoaluminate de calcium hydraté)
C <sub>4</sub> AF	C <sub>3</sub> (A, F)H <sub>6</sub> C <sub>4</sub> (A, F)H <sub>13</sub> En présence de gypse : C <sub>3</sub> (A,F).3CaSO <sub>4</sub> .32H <sub>2</sub> O C <sub>3</sub> (A,F).CaSO <sub>4</sub> .12H <sub>2</sub> O

## I.4. Processus de fabrication du ciment dans l'SCMI

### I.4.1. Introduction

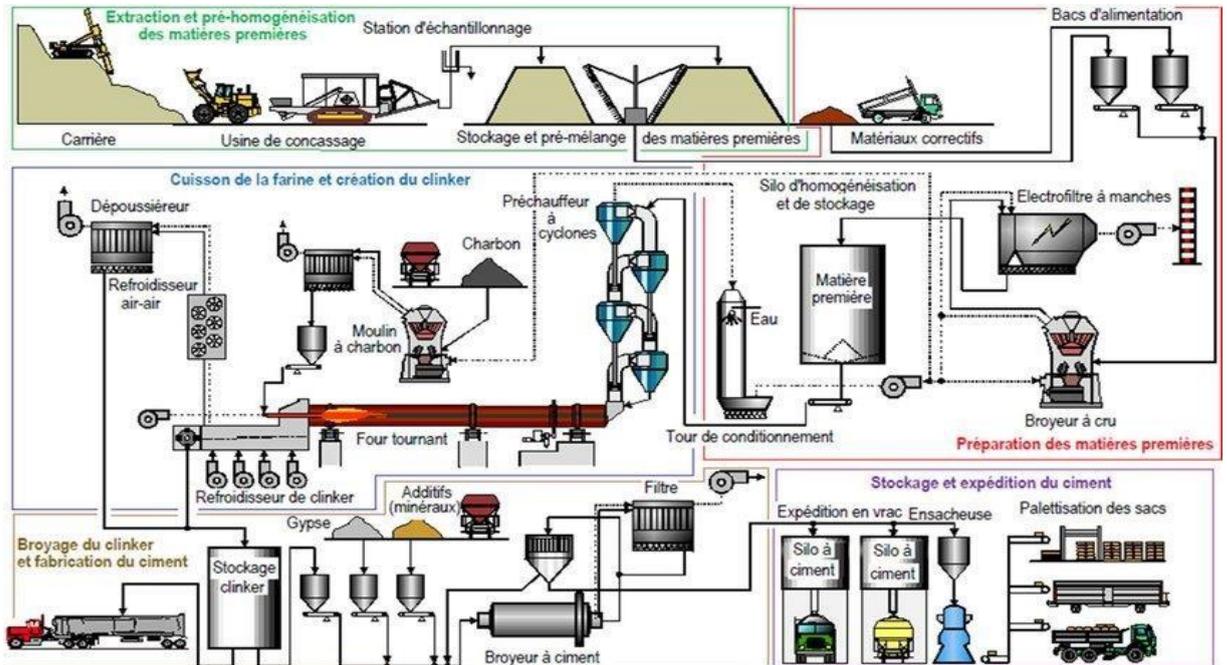
Le processus de fabrication du ciment de l'usine de MEFTAH est divisé en deux lignes identiques dont le procédé est à voie sèche.

La première ligne concerne la fabrication de clinker, la deuxième ligne consiste à broyer finement ce clinker avec d'autres constituants minéraux pour obtenir un ciment ayant des propriétés bien déterminées.

Le processus de production du ciment (figure I.5) est divisé en 12 étapes principales :

- La carrière de cimenterie ;
- La pré-homogénéisation des matières premières ;
- Le broyage du cru ;
- L'homogénéisation du cru ;
- Le préchauffage du cru ;
- La cuisson ;
- Le refroidissement du clinker ;
- Le stockage du clinker ;
- Le broyage du ciment ;

- Le stockage du ciment ;
- Le contrôle qualité du ciment ;
- Conditionnement et expédition du ciment [11].



**Figure I.5 :** Les étapes de fabrication du ciment par voie sèche [2].

#### I.4.2. Extraction des matières premières

Les matières premières sont extraites de parois rocheuses de dimensions très variées dans une carrière à ciel ouvert. L'extraction consiste à extraire le calcaire et l'argile ;

##### ➤ Calcaire

L'extraction du calcaire se fait par des explosifs, le transport par camions jusqu'aux concasseurs et puis par transporteurs à bandes vers les halles de stockage. Il peut rentrer dans des proportions allant jusqu'à 75 % de la masse totale du mélange cru.

L'homogénéité du calcaire étant nécessaire pour avoir les mêmes qualités de ciment, la carrière est découpée en gradins et par qualité de teneur en  $\text{CaCO}_3$ , pour avoir un calcaire ayant les mêmes teneurs en  $\text{CaCO}_3$ , les parties riches et pauvres sont exploitées et mélangées en proportion selon les besoins [12].

##### ➤ Argile

Le gisement d'argile est situé à environ 3 km au sud de l'unité (ABABDA) l'exploitation se fait par ripage à l'aide d'une pelle mécanique. Le transport est assuré par des camions jusqu'aux concasseurs ou la matière est prise par un transporteur à bande

vers les halles de stockage. L'argile est rajoutée pour son apport en alumine ( $Al_2O_3$ ), d'oxyde de fer ( $Fe_2O_3$ ) et de silice ( $SiO_2$ ).

#### **I.4.3. Préparation de la matière première**

Le calcaire, extrait sous forme de blocs, subit un pré-concassage au niveau de la carrière par un concasseur, on trouve deux concasseurs :

- FCB (capacité maximal 550t/h) ;
- KHD (capacité maximal 1500t/h) ;

Les blocs concassés de petits morceaux à la sortie d'une granulométrie de 0 à 30 mm. Ils sont ensuite acheminés vers l'usine au moyen d'un transporteur à bande vers le hall de stockage de calcaire (capacité de 70.000 T).

L'argile est transportée par camions vers l'usine pour concassés dans un autre concasseur (HAZEMAG de capacité de 200 t/h) et stockés dans le hall de stockage.

La matière première est étendue en couches horizontales, qui finissent par former un tas, dont la composition globale est celle désirée. Les couches sont ensuite reprises verticalement, ce qui permet de prélever en permanence une matière de composition identique [13].

Le minerai de fer (ramené de ROUINA, AIN DEFLA), et le sable (ramené de la sablière de BOUSSAADA) sont appelées matières de correction car elles sont utilisées pour compenser le manque en d'autres éléments des matières citées ci-dessus (argile et calcaire).

#### **I.4.4. Broyage du cru**

Le calcaire et l'argile sont broyés en circuit fermé dans un broyeur à boulets (110tr/h). La poudre obtenue est transportée à travers un séparateur où les grosses particules sont recyclées vers le broyeur, et les fines particules sont acheminées aux élévateurs à godets vers des silos d'homogénéisation.

Les matières premières (calcaire et argile, minerai de fer et sable) sont extraites de leurs trémies de stockage grâce à des doseurs horaires contrôlés et ajustés en fonction des résultats d'analyse du cru sortant du broyeur. Le procédé de correction est optimisé de façon à consommer le moins d'énergie possible.

**Tableau I.2 : Composition approximative du cru.**

<b>Matières premières</b>	<b>Calcaire</b>	<b>Argile</b>	<b>Sable</b>	<b>Minerai de fer</b>
<b>Quantités en %</b>	80	17	2	1

#### **1.4.5. Homogénéisation**

L'homogénéisation confère à la matière crue une composition chimique stable. De cette stabilité dépend la régularité des propriétés du clinker.

C'est au cours de cette phase, grâce à un brassage pneumatique ou mécanique vigoureux, il est possible d'obtenir un produit parfaitement homogène, de caractéristiques chimiques uniformes, apte à être cuit.

**Figure I.6 : Silos d'homogénéisation.**

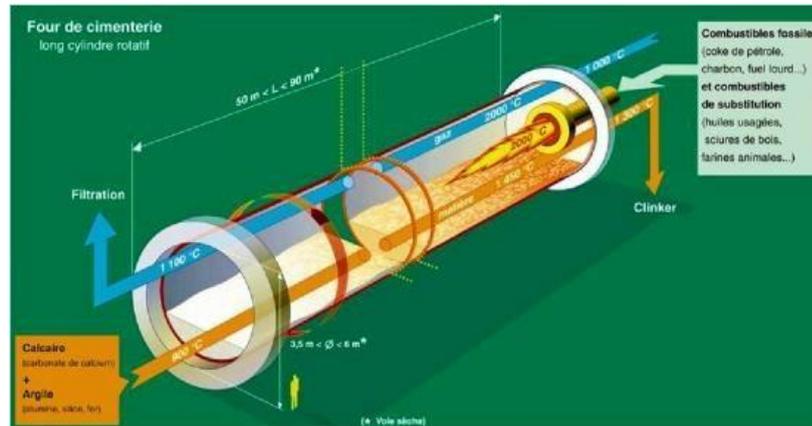
#### **I.4.6. Préchauffage, cuisson et refroidissement du clinker**

La farine crue homogénéisée est ensuite préchauffée à 850 °C dans une tour de préchauffage grâce à la réutilisation de la chaleur produite par le four [14].

Le préchauffage s'effectue dans une série d'échangeurs à cyclones, qui chauffent la farine arrivant par le haut. La matière déversée dans la tour par un élévateur, subit des variations thermiques sous l'effet des gaz chauds aspirés du four par un ventilateur.

La pré-calcination s'effectue dans une boîte à fumée placée entre le préchauffeur et le four. Cette décarbonatation permet d'obtenir la chaux vive, nécessaire à la fabrication du clinker.

Le four utilisé pour la cuisson du mélange cru est en acier et possède un revêtement réfractaire. Il a une longueur de 84m et un diamètre de 5.6m. Il est incliné à environ 3% afin de permettre la descente régulière de la matière en pente, et tourne à une vitesse maximale de 2 tr/min et minimale 0.63 tr/min.



**Figure I.7 : Four rotatif [15].**

Les principales formations et réactions de la matière au cours de cuisson sont présentées par ces étapes suivantes :

#### ❖ **Décarbonatation**

Le calcaire ( $\text{CaCO}_3$ ) est décomposé en oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ ) + gaz carbonique ( $\text{CO}_2$ ), ce dernier est évacué par la cheminée.

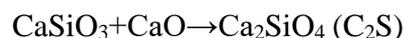


C'est une réaction fortement endothermique, à température environ 900 à 1000°C, pour 1 tonne (1000 kg) de  $\text{CaCO}_3$ , on évacue par la cheminée 440 kg de  $\text{CO}_2$ .

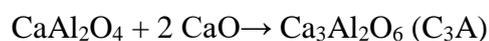
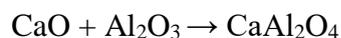
#### ❖ **Phase de transition**

Il y a la combinaison de  $\text{CaO}$  avec :

- Le silicium (Si) pour former du  $\text{C}_2\text{S}$  (silicate bi calcique), cette réaction est légèrement exothermique.



- L'aluminium (Al) pour former une solution solide d'aluminates de calcium



### ❖ Phase de clinkerisation

La température de la matière monte jusqu'à 1450°C. Une partie de la matière fond pour donner naissance à la phase liquide (constituée de phase aluminates et ferrite), cette étape demande beaucoup d'énergie.

En parallèle, il y a formation de C<sub>3</sub>S (silicate tricalcique) : à partir de 1300 °C, le C<sub>2</sub>S se transforme en C<sub>3</sub>S en réagissant avec une partie du CaO non combiné. La réaction est exothermique.



La cristallinité et la composition de ces phases influent sur leurs propriétés (couleur par Exemple) et leur réactivité en présence d'eau [12].

La cuisson est une opération forte consommatrice d'énergie. La source de chaleur est apportée par une tuyère qui peut brûler différents combustibles : gaz naturel, fuel, charbon, coke de pétrole [16].

Dans le cas de la cimenterie de Meftah, le clinker sort du four à une température de 1450°C, le clinker tombe sur des refroidisseurs à grilles (figure I.8) où il est refroidi par une batterie de ventilateurs de soufflage dans les chambres de la partie basse du refroidisseur qui ramènent sa température à 60 °C, ce choc thermique donne naissance à des granules de diamètres variant entre 1 et 10 mm (cette opération s'appelle : la trempe) [16].

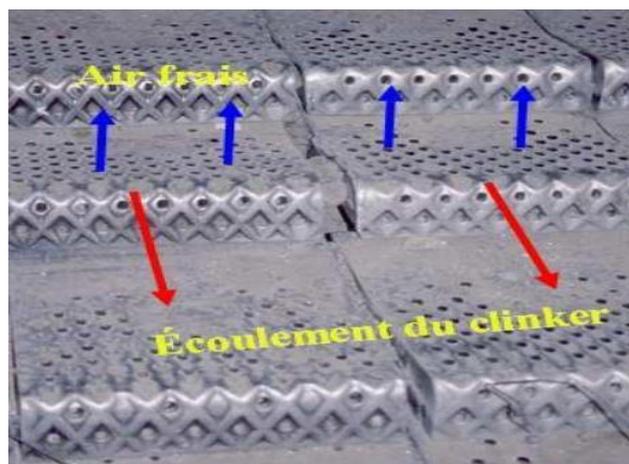


Figure I.8 : Refroidisseur à grille [17].

#### I.4.7. Stockage du clinker

Le clinker se présente sous la forme de granules de la grosseur d'un noisette/noix. Il est évacué par tapis vers le hall/silo à clinker où il sera stocké en attendant d'être transformé en ciment.



**Figure I.9 :** Silo de stockage de clinker.

#### I.4.8. Broyage du ciment

Après le dosage du clinker, gypse et ajouts, elles sont transportées sur un tapis vers le broyeur ciment BK1 - BK2 pour les broyées. La matière broyée sera transportée par élévateur à godets à la sortie broyeur, puis elle sera déversée dans le séparateur dynamique. Le produit fini (ciment) sera acheminé par aéroglissiaière principale vers les silos de stockage à l'aide d'élévateur à godets sur l'air lift et les grosses particules sont transportées vers l'entrée de broyeur pour être broyées. Il y a 8 silos de stockage avec une capacité de 4000 Tonnes/Silo.

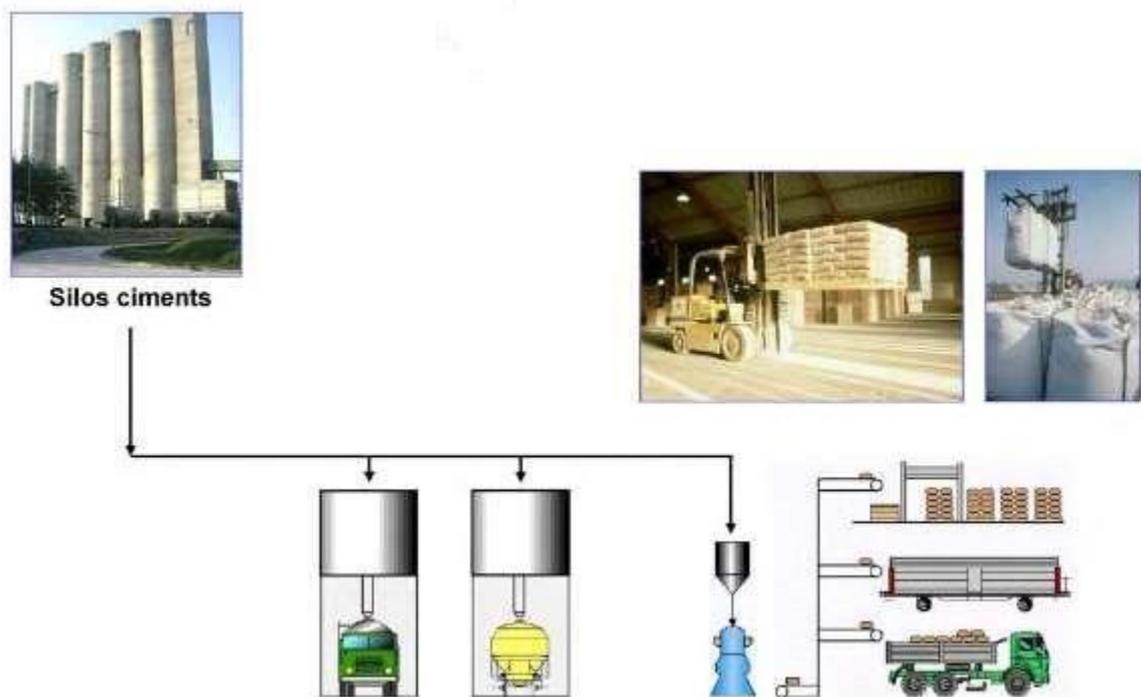
Pour développer les propriétés hydrauliques et rhéologiques du ciment, le clinker est broyé avec 5% gypse et 16% calcaire, Le gypse est un régulateur de prise, et le calcaire est un additif pour améliorer la résistance du produit, Le but du broyage est d'une part de réduire les granulats de clinkers en poudre et d'autre part de procéder aux différents ajouts pour obtenir un produit fini près à la commercialisation.



**Figure I.10 :** Silo de stockage de ciment.

#### I.4.9. Expédition du ciment

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 [18].



**Figure I.11 :** Expéditions de ciment [17].

**Chapitre II**  
**Etude bibliographie de l'influence des**  
**éléments mineurs sur la réactivité du**  
**clinker**

## II.1. Introduction

Le clinker est fabriqué à partir d'une matière première naturelle crue qui contient des proportions définies du calcaire qui apporte le carbonate du calcium (CaO), de l'argile qui apporte la silice (SiO<sub>2</sub>), l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) et l'oxyde de fer (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

Une parfaite maîtrise de la combustion et de la volatilisation conduit à un clinker homogène et réactif. Ce chapitre présente une bibliographie succincte de l'influence des éléments mineurs sur la réactivité des phases minéralogiques du clinker à ciment [19].

## II.2. Composition chimique de clinker

De la composition chimique des matières premières et de leurs proportions dans le mélange, on déduit la nature des éléments chimiques présents dans le ciment portland et leurs concentrations [20].

Le clinker comprend les oxydes suivants :

- **CaO**

Combiné avec SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, à l'état libre, il provoque des variations inégales du volume de ciment au cours du processus d'hydratation (expansion). La résistance du ciment augmente avec l'augmentation du pourcentage d'incorporation de CaO, cependant, la stabilité chimique diminue dans les environnements corrosifs. La teneur en CaO dans le clinker est de 63% à 67% [20].

- **SiO<sub>2</sub>**

Il réagit avec CaO pour former du silicate de calcium, des pourcentages élevés vont générer beaucoup de C<sub>2</sub>S, puisqu'il réagit avec tout CaO, dans ce cas le ciment durcit lentement et sa résistance augmente à long terme. L'ajout de C<sub>2</sub>S confère au ciment une bonne durabilité, notamment aux milieux corrosifs, de 21% à 24% [20].

- **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Il contribue à la prise et au durcissement rapide du ciment, cependant, une haute teneur en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> donne un ciment très sensible à la corrosion sulfatée, sa teneur est de 4 à 7% [21].

- **Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Il joue le rôle de fondant, il diminue considérablement la température de cuisson du clinker, il contribue à l'augmentation de la stabilité chimique dans les eaux sulfatées, sa teneur est de 2,5% à 4% [21].

▪ **MgO**

La teneur élevée en MgO dans la substance libre est sous forme de périclasse, et le volume augmente pendant l'hydratation, et la teneur est inférieure à 5 % [20].

▪ **TiO<sub>2</sub>**

La teneur est inférieure à 0,5 % provenant de l'argile.

▪ **MnO<sub>2</sub>**

Lorsque le laitier de haut fourneau est utilisé comme matière première secondaire, il fait partie du clinker et sa teneur est de 1,5 %.

▪ **P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>**

Il est présent dans la composition du clinker sous forme d'impuretés de 1 à 2 % et il ralentit le processus de durcissement du ciment de 0,2 à 0,3 %.

▪ **Na<sub>2</sub>O et K<sub>2</sub>O**

Une partie de l'alcali est volatilisée pendant le processus de cuisson et sa composition est de 0,5 à 1 %.

**Tableau II.1 : Les compositions chimiques du clinker [22].**

<b>Composant du clinker</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>CaO</b>	<b>MgO</b>	<b>SO<sub>3</sub></b>	<b>K<sub>2</sub>O</b>	<b>Na<sub>2</sub>O</b>
<b>Notation cimentaire</b>	S	A	F	C	M	S	K	N
<b>Teneurs limites (%)</b>	20-25	2-9	1-5	62-70	0-5	0-3	0-0,6	0-0,7

### **II.3. Les principales phases du clinker**

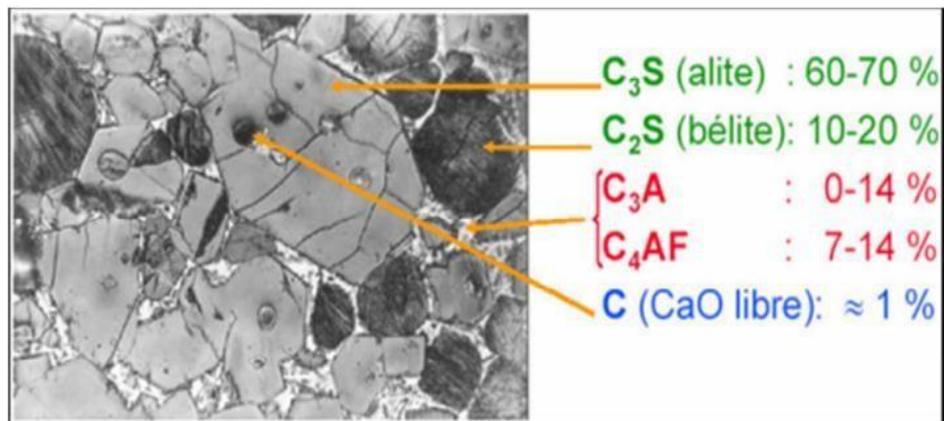
Le ciment Portland est constitué de quatre phases principales nommées C<sub>3</sub>S, C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A, et C<sub>4</sub>AF et d'autres phases minoritaires. Ces phases ne sont pas pures et contiennent des ions étrangers qui entraînent une altération de leurs structures cristallines [22].

**Tableau II.2 : Phases principales du ciment Portland et leurs caractéristiques [22].**

Phases	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF
Formule chimique	Ca <sub>3</sub> SiO <sub>5</sub>	Ca <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	Ca <sub>3</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>6</sub>	Ca <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> O <sub>1</sub>
Nom technique	Alite	Bélite	Phase aluminatée	Phase ferrite
Réactivité	Elevée	Faible	très élevée	Faible
Impuretés	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, SO <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, MgO	MgO, SiO <sub>2</sub> , TiO <sub>2</sub>
Contribution à la résistance	Forte à jeune âge	Forte à long terme	Forte à jeune âge	Très faible

### II.3.1. Les silicates tricalciques (C<sub>3</sub>S)

Le silicate tricalcique ou alite est le principal constituant du ciment, il représente 40 à 80 % en teneur massique et il est souvent impur dans le clinker. Cette phase est très importante pour le développement de la résistance mécanique au jeune âge du ciment. Il existe différentes modifications cristallines du C<sub>3</sub>S ou polymorphisme, sept variétés cristallines sont ainsi connues : trois variétés triclinique, trois variétés monoclinique et une variété rhomboédrique. Dans les clinkers industriels, la forme prédominante est la variété monoclinique, la phase C<sub>3</sub>S est instable et elle n'est obtenue que grâce à une trempe rapide du clinker à la sortie du four [22].



**Figure II. 1 : Micrographie de clinker montrant ses quatre phases cristallines principales [23].**

### II.3.2. Les silicates bicalciques ( $C_2S$ )

Le  $C_2S$  constitue entre 15 et 30% du ciment Portland. Les cimentiers le désignent par bélite qui est une forme impure de  $C_2S$ . Dans le  $C_2S$ , on retrouve, en plus du potassium, les mêmes ions étrangers que dans le  $C_3S$ , mais ils y sont en plus grande quantité. La bélite fournit au ciment sa résistance à long terme.

Il existe au moins quatre variétés polymorphiques de  $C_2S$  ( $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ) et leur domaine de stabilité est différent selon le chauffage et le refroidissement. La forme  $\beta$  est celle que l'on rencontre le plus souvent dans les clinkers industriels. Lors d'un refroidissement lent, la forme  $\beta$  peut se transformer en  $\gamma$  qui n'a aucune propriété hydraulique. Contrairement au  $C_3S$ , les propriétés hydrauliques du  $C_2S$  varient considérablement selon la variété polymorphique [24].

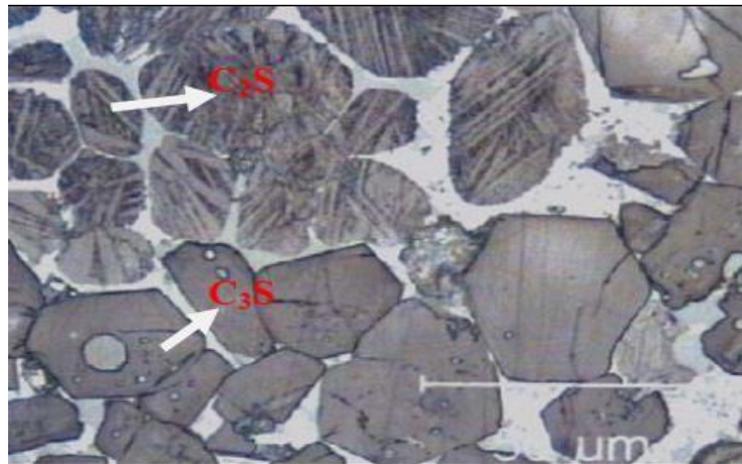


Figure II.2 : Le  $C_2S$  et  $C_3S$  sous microscope optique.

### II.3.3. L'aluminate tricalcique ( $C_3A$ )

La phase aluminatée est formée par l'aluminate tricalcique  $C_3A$  ( $Ca_3Al_2O_6$ ), sa teneur massique varie de 10% à 15% du clinker Portland. Elle se forme à une température de 800°C à partir d'aluminate monocalcique ( $CaAl_2O_4$ ) par un ajout continu de chaux. A l'état pur, elle ne présente pas de polymorphisme et cristallise dans un système cubique. La présence des éléments mineurs dans le réseau peut entraîner un changement de symétrie du cubique à l'orthorhombique ou monoclinique, selon la concentration de l'élément dopant. Ces éléments influencent sa réactivité hydraulique [25]. Le  $C_3A$  orthorhombique stabilisé par la présence de sodium est moins réactif que le  $C_3A$  cubique.

Selon les quantités de  $Na_2O$  en substitution dans le  $C_3A$ , les formes suivantes peuvent être stabilisées [25] :

- 0 à 1,9% Forme cubique.

- 1,9 à 3,7% Coexistence de deux formes cubique et orthorhombique.
- 3,7 à 4,65% Forme orthorhombique.
- 4,65 à 5,9% Forme monoclinique.

La forme du  $C_3A$  est très importante. Les ciments contenant uniquement du  $C_3A$  cubique présentent une rhéologie meilleure que les ciments avec un mélange de  $C_3A$  cubique et orthorhombique [26].

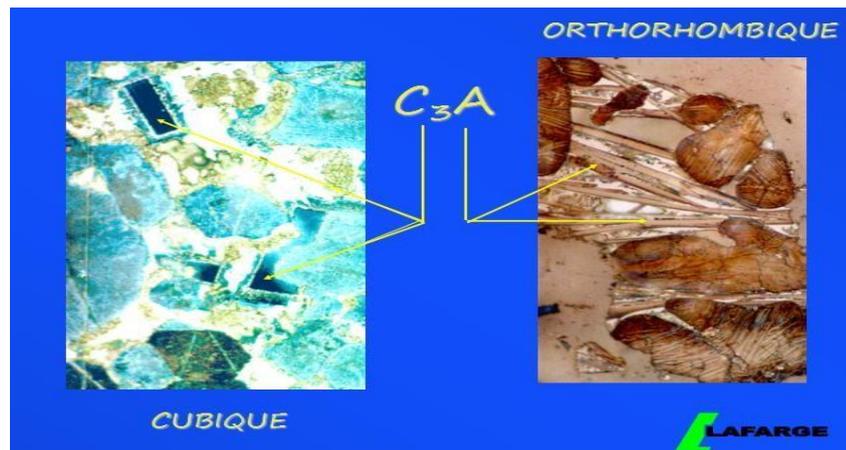


Figure II.3 : Le  $C_3A$  en microscope optique [19].

#### II.3.4. L'aluminoferrite tétracalcique ( $C_4AF$ )

L'aluminoferrite tétracalcique est une partie de la solution solide  $C_2A-C_2F$  généralement connu sous le nom de célite. Avec sa teneur massique varie de 10% à 15% du clinker Portland. Toutes les solutions solides du  $C_4AF$  sont la forme orthorhombique, la réactivité du  $C_4AF$  dans l'eau est modérée, elle augmente avec la teneur en alumine [26].

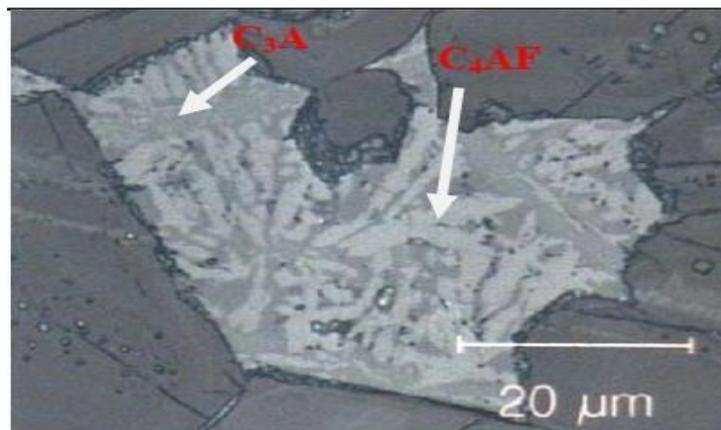


Figure II.4 : Image de  $C_3A$  et  $C_4AF$  sous microscope optique.

#### II.4. Les composés mineurs du clinker

Les alcalins sont des éléments mineurs du clinker introduits avec les matériaux argileux ou avec les fondants en petite quantité dans le ciment. Le sodium et le potassium possèdent

leurs propres cycles de volatilisation dans le four, car leur teneur est faible (rarement supérieure à 1,5 %). Ils proviennent essentiellement du cru (minéraux argileux ou certains ajouts) et de certains combustibles.

La localisation de ces alcalins dépend essentiellement du taux de soufre dans le clinker :

- **En absence totale de soufre (ce qui est rare)**

Ils sont essentiellement localisés dans les réseaux cristallins des aluminates et des silicates de calcium ( $K_2O$  et  $Na_2O$  dans le  $C_3A$  orthorhombique,  $K_2O$  dans le  $C_2S$ , le  $C_3S$  est sous la forme monoclinique inversé). Les alcalins ne sont alors que lentement solubles car ils ne passeront dans la solution qu'au fur et à mesure que progressera l'hydratation des phases cristallines qui les contiennent [27].

- **Lorsque le taux de soufre augmente**

Les alcalins se combinent avec les sulfates dont les formules varient en fonction des pourcentages relatifs de  $SO_3$ ,  $K_2O$  et  $Na_2O$ , le  $C_3A$  prend alors la forme cubique et le  $C_3S$  devient rhomboédrique. Les sulfates alcalins sont situés entre les cristaux de  $C_3S$ ,  $C_2S$  et  $C_3A$  et sont donc rapidement solubles dans l'eau. Ils peuvent donc intervenir sur l'hydratation dès les premières minutes de contact du ciment avec l'eau [27].

Le soufre du clinker provient essentiellement du combustible tel que le coke ou le charbon et des matières premières comme l'argile de et le schiste où il se manifeste sous forme de pyrite, de sulfate ou de composé organique. La présence de soufre réduit la volatilité des alcalis pendant le clinkerisation [27].

## **II.5. L'influence des éléments mineurs**

### **II.5.1. Sur la qualité du clinker**

Les éléments volatils, alcalis et soufre, sont parfois piégés et évacués du four avec le clinker. Ils se condensent alors dans les minéraux du clinker, principalement dans l'aluminate tricalcique, et améliorent les propriétés et performances des ciments fabriqués. Dans les éléments mineurs, les alcalins sont très importants pour leur influence sur les propriétés et augmentent les résistances initiales du ciment [28].

En forte concentration, ils peuvent, par leur réaction avec des granulats contenant une silice mal cristallisée, diminuer fortement la durabilité des ouvrages en béton. Les alcalis sont souvent exprimés sous la forme alcalis équivalents ou  $Na_2O_{eq}$  pour prendre en considération la différence de poids moléculaire du sodium et potassium :



Les oxydes secondaires récupérés dans les poussières de fours influencent le processus de cuisson lorsqu'elles sont réintroduites dans le four via la tuyère, ou la qualité du ciment lorsqu'elles sont utilisées comme constituants secondaires [28].

De nombreux autres constituants chimique sont introduits dans le processus du four et se retrouvent finalement en grande partie dans le clinker.

CHATTERJEE (1983) établit que les sulfates alcalins solubles affectent plus le développement des résistances que les alcalis incorporés dans les phases du clinker [29].

### **II.5.2. Sur le processus**

Les alcalis les sulfates et les halogènes contenus dans les matières premières introduit avec les matériaux argileux ou avec les fondants, sont expulsés dans les gaz du four pendant la calcination et la clinkérisation. ils se condensent par la suite dans les zones plus froides en amont du four et dans les poussières récupérées dans les filtres chargés de purifier les fumées avant d'être rejetées dans l'atmosphère. Une partie de ces éléments volatils s'échappent malgré tout du four par les fumées et polluent l'atmosphère [28].

Les éléments volatils (alcalins, sulfate et chlorure) provoquent des collages dans le système de cuisson et entraînent des dépôts. Ils contrarient les écoulements de matières et de gaz et nécessitent parfois des arrêts des installations. Pour les farines riches en élément volatils, un by-pass est nécessaire pour éviter ces perturbations en prélevant une partie des gaz chauds chargés des éléments volatils [28].

# **Chapitre III**

## **Matériel et méthodes**

### III.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous décrivons le protocole expérimental suivi pour étudier l'impact de la teneur des alcalins du clinker sur les propriétés physiques et mécaniques du ciment portland produit.

### III.2. Matériaux utilisés

#### III.2.1. Clinker

Les essais ont été effectuées sur deux échantillons de clinker A et B d'une quantité de 3kg chacune, prélevées toutes les 2h à la sortie du refroidisseur à grilles, durant une marche stable du système de 8h. Après quartage des quantités des clinkers A et B prélevés, un échantillon de 2 kg représentatif de chaque clinker a été sélectionné.

#### III.2.2. Gypse

Le gypse est un matériau minéral composé de sulfate di hydraté de calcium de formule  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [30], utilisé par la cimenterie. Grâce au gypse le début la prise du ciment, c'est-à-dire son durcissement, s'effectue au plus tôt une demi- heure après le début de l'hydratation. Sans gypse, la prise serait irrégulière et pourrait intervenir trop rapidement [31].

#### III.2.3. Calcaire

Selon la norme NF P18-508, les additions calcaires sont des produits secs finement divisés, obtenus par broyage et/ou sélection, provenant du gisement de roches calcaire de la carrière de la cimenterie pouvant être dolomitiques, massives ou meubles [32].

Selon la norme, NF P18-301, les additions calcaires sont substituables au ciment et lors aux exigences suivantes :

- Teneur en calcaire :  $\text{CaCO}_3 \geq 75\%$  en masse.
- Teneur en argile : adsorption de bleu de méthylène  $\leq 1.20\text{g}/100\text{g}$ .
- Teneur en matières organiques (TOC)  $\leq 0.50\%$  en masse.

#### III.2.4. Ciment

Trois types de ciments ont été préparés en quantité suffisante par Co-broyage du clinker A et B avec l'addition du gypse comme régulateur de prise et calcaire comme ajout. Le tableau ci-après donne leur composition (% en masse).

#### Remarque

Le CEM C est utilisé pour une simulation (voir l'annexe).

**Tableau III.1. Composition des ciments.**

<b>Ciment</b>	<b>Type</b>	<b>Composition</b>
<b>CEM A sans ajout</b>	CEM I 42.5 R	95% Clinker A et 5% gypse
<b>CEM B sans ajout</b>	CEM I 42.5 R	95% Clinker B et 5% gypse
<b>CEM C avec ajout</b>	CEM II/42.5 A-L N	79% Clinker B, 5% gypse, 16% Calcaire

### **III.3. Analyse chimique**

#### **III.3.1. Analyse par Spectrométrie de fluorescence X (XRF)**

##### **III.3.1.1. Définition**

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire globale permettant d'identifier et de déterminer la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon. Cette technique peut être utilisée pour des matériaux très variés : minéraux, céramiques, métaux, huiles, eau, verres... sous forme solide ou liquide [33].

Dans le laboratoire de l'usine cette méthode d'analyse permet de :

- Qualifier les éléments chimiques présents dans un échantillon c'est-à-dire connaître les éléments constituant l'échantillon (exemple : Calcium, Silicium, Aluminium, Fer...).
- Quantifier les éléments présents c'est-à-dire connaître leur teneur (exemple : 70% de calcium, 8% de silicium...).

##### **III.3.1.2. Préparation des échantillons d'analyse**

La préparation de l'échantillon de clinker pour les essais d'analyse s'est effectuée en suivant le mode opératoire suivant :

- Concasser 100g des particules d'échantillons représentatifs de clinker A et B (figure III.1).
- On prend 10 g de la matière à analyser + 0,6 g de cellulose.
- On place le mélange dans le broyeur pendant 120s à vitesse de 700 tour/1min (figure III.2).
- Récupérer la matière broyée (s'assurer que la matière a été complètement récupérée).

- Mettre l'anneau dans la pastilleuse (figure III.3), verser la matière broyée dans cet anneau.
- Presser la matière avec la Pastilleuse qui subit une force de 150 K.N.
- Introduire la pastille dans les appareils d'analyse XRF et DRX (figures III.4 et III.5).



**Figure III.1 :** Concasser utilisé.



**Figure III.2 :** Broyeur à billes.



**Figure III.3 :** Pastilleuse d'échantillon.



**Figure III.4 :** Appareil d'analyse XRF.

#### ➤ **Gypse, Calcaire et ciment**

Pour la préparation des échantillons du gypse et du calcaire, le même mode opératoire a été adopté. Quant au ciment, sa pastille d'échantillonnage a été préparée comme mentionné dans le paragraphe ci-dessus.

#### **III.3.2. Analyse par diffractions de rayon X (DRX).**

Les analyses de composition minéralogique des clinkers A et B ont été systématiquement réalisées à la cimenterie de M'SILA avec la méthode XRD-Rietveld selon la procédure standard interne Lafarge Holcim et inclus les phases suivantes : alite (modification M1 et M3), belite ( $\beta$ belite uniquement), ferrite, aluminate orthorhombique, aluminate cubique, chaux libre, portlandite.

### III.3.2.1. Définition

La méthode de Rietveld est une technique d'analyse très fine des diagrammes de diffraction de poudre. Elle consiste à décrire complètement le diagramme y compris le bruit de fond, la forme, la position et les intensités des raies de diffraction observées pour les différentes phases à l'aide de modèles structuraux [34].

Les résultats de cette analyse peuvent être utilisés en conjonction avec la description en sous-réseaux des phases dans la méthode de Calphad, ceci de deux façons :

- Qualitativement : pour déterminer le modèle à utiliser (lacunes ou substitution)
- Quantitativement : les taux d'occupations peuvent être utilisés comme données expérimentales dans une optimisation Calphad pour fixer les énergies relatives des différents composés définis par le modèle.



**Figure III.5 :** Appareil de diffractions de rayon X (DRX).

### III.3.3. Détermination de la chaux libre CaO<sub>L</sub>

L'analyse de détermination de la chaux libre (CaO libre) a été effectuée uniquement pour le clinker et le ciment.

#### III.3.3.1. Mode opératoire

- On pèse 1 g de matière (clinker ou ciment), puis mettre dans un erlenmeyer propre et bien séché.
- Ajouter ensuite 50 ml d'éthylène glycol (CH<sub>2</sub>OH) on chauffe notre solution sur une plaque chauffante (figure III.6), la réaction qui a lieu est :



- Puis on filtre (filtre moyen).
- On ajoute à la solution filtrée quelques gouttes de bleu de bromocrésol (indicateur coloré) donne une coloration bleue et on titre avec HCl (0,1N) jusqu'à l'apparition de la couleur jaune. La réaction qui a lieu est :



- Le pourcentage de la chaux libre est déterminé selon la formule suivante :

$$\% \text{CaO} = F * \text{VCaO}$$

F, le facteur de la solution, VCaO, le volume de la solution.

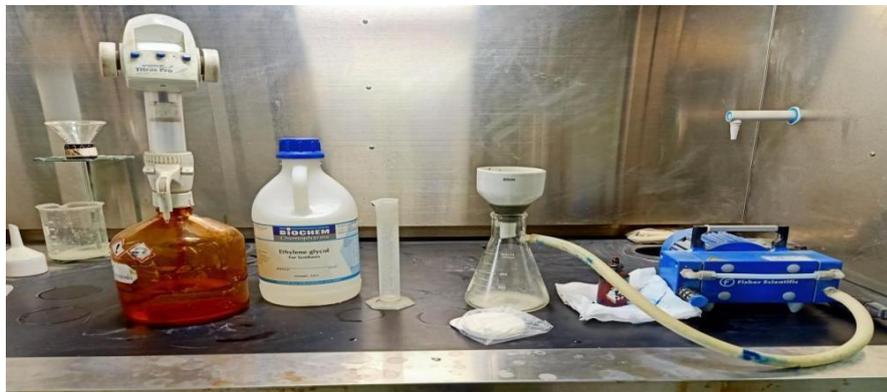


Figure III.6 : Appareillage utilisé pour la détermination de la chaux libre.

### III.3.4. Calcul de la composition minéralogique et des modules tests du clinker

La composition minéralogique du clinker est déterminée par les équations semi empiriques de Bogue [35].

- $\% \text{C}_3\text{S} = 4.071(\% \text{C}) - 7.6(\% \text{S}) - 6.718(\% \text{A}) - 1.43(\% \text{F})$ .
- $\% \text{C}_2\text{S} = 2.867(\% \text{S}) - 0.7544(\% \text{C}_3\text{S})$ .
- $\% \text{C}_3\text{A} = 2.650(\% \text{A}) - 1.692(\% \text{F})$ .
- $\% \text{C}_4\text{AF} = 3.043(\% \text{F})$ .

Le facteur de saturation en chaux (LSF) et les modules silicique (MS) et Alumino-ferrique (MAF) sont calculés par les équations suivantes :

$$\text{LSF} = \frac{\% \text{CaO}}{2.8(\% \text{S}) + 1.18(\% \text{A}) + 0.65(\% \text{F})} * 100$$

$$\text{MS} = \frac{\% \text{SiO}_2}{\% \text{Al}_2\text{O}_3 + \% \text{Fe}_2\text{O}_3}$$

La valeur du MS varie en moyenne de 2,5 à 3,2.

$$\text{MAF} = \frac{\% \text{Al}_2\text{O}_3}{\% \text{Fe}_2\text{O}_3}$$

### III.3.5. Détermination de l'humidité du gypse

L'humidité est la quantité d'eau contenue dans un échantillon quelconque et qui disparaît sous l'effet du séchage, elle est quantifiée en masse perdue de matière par dessiccation à l'étuve (figure III.7) dans des conditions déterminées (un séchage isotherme à une température de  $103^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ) [36].

#### III.3.5.1. Mode opératoire

- Peser le creuset vide noté  $P_0$ .
- Prise d'essai de 100g de l'échantillon  $P_1$ .
- Soumettre à l'étuve, le creuset contenant la matière à une température de  $103^\circ\text{C}$  pendant 1h jusqu'à 24 heures.
- Reprendre le creuset et le refroidir dans un dessiccateur.
- Procéder à une dernière pesée  $P_2$  (Masse finale (creuset + matière séché)).
- Calculer le pourcentage d'humidité selon la formule suivante :

$$\text{Humidité \%} = (P_2 - P_0) - P_1$$



Figure III.7 : Etuve de séchage.

### III.3.6. Détermination de la perte au feu (PAF) du gypse et du ciment

La perte au feu est le pourcentage de matière éliminée dans le four ( $\text{CO}_2$  et  $\text{H}_2\text{O}$  et de matière organique) à haute température  $950^\circ\text{C}$  [37].

### III.3.6.1. Mode opératoire

Le pourcentage de H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub> dégagé pendant la calcination est déterminé selon le protocole expérimental suivant :

- Introduire l'échantillon du gypse ou du ciment dans une étuve pour éliminer l'humidité pendant 30 min.
- Peser le creuset en platine vide et noter P<sub>0</sub>.
- Peser une quantité P<sub>1</sub>= 2g de l'échantillon et l'introduit dans un creuset en platine.
- Mettre le creuset dans le four à 950 °C pendant 30 min.
- Sortir le creuset du four et laisser refroidir quelques minutes dans un dessiccateur.
- Peser la masse du creuset après perte au feu et noter P<sub>2</sub>.
- Calculer le pourcentage de la PAF selon la formule suivante :

$$PAF = \frac{(P_0 + P_1) - P_2}{P_1} * 100$$



Figure III.8 : Four de calcination.

## III.4. Analyse physique et mécanique

### III.4.1. Détermination de la surface spécifique BLAINE :

La surface spécifique de Blaine est la surface que peut développer la totalité des grains d'un gramme de ciment, elle est mesurée à l'aide de l'appareil de Blaine, elle s'exprime en cm<sup>2</sup>/g selon la norme NF EN 196-6.

#### III.4.1.1. Mode opératoire

- Placer la grille au fond de la cellule.
- Appliquer sur cette grille au moyen d'une tige à face intérieure plein, un disque neuf de papier filtre.
- Verser le liant dans la cellule en utilisant un entonnoir.

- Placer sur celle –ci un autre disque neuf de papier filtre.
- Tasser 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.
- Retirer le piston lentement.
- Vérifier le niveau du liquide du manomètre qui doit affleurer au trait inférieur.
- Rodé de la cellule et la placer sur son ajustage de lui imprimant un léger mouvement de rotation pour répartition la vaseline. Veuillez au cours de cette opération à ne pas altérer le tassement de la couche.
- Aspirer lentement au moyen de la poire l'air du tube jusqu'à ce que niveau du liquide atteigne le trait supérieur.
- Démarrer l'appareil qui déterminera automatiquement la SSB.



**Figure III.9 :** Appareil de Blaine.

### III.4.2. Détermination du pourcentage refus du ciment

La détermination du pourcentage du refus de ciment se fait après le broyage. Les refus sont déterminés pour caractériser la granulométrie du ciment et contrôler l'état de fonctionnement du broyeur et le degré du broyage [38].

#### III.4.2.1. Mode opératoire

- Faire sécher la matière à tamisé si nécessaire.
- Vérifier et placer le tamis à utiliser sur l'appareil.
- Peser 100 g de l'échantillon et vider sur le tamis.
- Tamiser à l'aide d'un appareil appelé alpine avec un tamis de 45 $\mu$ m.

- Lorsque l'appareil s'arrête on récupère le produit restant sur le tamis 45 $\mu$ m et on le renverse dans le tamis 90 $\mu$ m.
- Peser les particules au-dessus de chaque tamis, et calculer le pourcentage de refus selon la formule suivante :

$$\% \text{Refus} = \frac{m_2}{m_f} * 100$$



**Figure III.10 :** Tamiseuse ALPINE.

#### III.4.3. Essais 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 [39].



**Figure III.11 :** Appareil de Vicat manuel.

**III.4.3.1. Mode opératoire**

- Peser 500g de ciment.
- Prendre un volume de 125 ml d'eau distillé à l'aide de l'éprouvette, l'introduire dans la cuve du malaxeur (figure III.12).
- Ajouter soigneusement le ciment à l'eau pour éviter toute perte d'eau ou de ciment. La durée de cette opération 5 à 10 secondes. Noter la fin de cette opération comme le temps zéro.
- Mettre le malaxeur en marche immédiatement et le faire tourner à vitesse lente pendant 60 secondes.
- Au bout de ces 60 s, arrêter le malaxeur pendant lesquelles toute la pâte adhérant à la cuve de la zone de malaxage doit grattée et remise dans le gâchée.
- Mettre alors la machine en route à vitesse rapide pendant 90 s.
- Remplir immédiatement le moule tronconique avec la pâte ainsi préparer, et niveler la surface à l'aide d'une truelle placée sur le bord du moule, perpendiculaire à la surface et déplacée d'un mouvement d'étalement de faible amplitude.
- Régler l'appareil de Vicat au préalable muni de la sonde.
- Placer le moule et la plaque de base sur l'axe de la sonde de l'appareil de Vicat, abaisser la sonde avec précaution jusqu'au contact de la surface supérieure de la pâte.
- Observe une pause de 1 à 2 secondes (dans le but de donner une vitesse initiale aux parties mobiles de l'appareil).
- Libérer alors les parties mobiles de la sonde (la sonde doit pénétrer verticalement au centre de la pâte) la libération de la sonde doit avoir lieu 4 minutes après l'instant zéro.
- Effectuer la lecture de l'échelle à la fin de pénétration ou 30 secondes après libération.
- La lecture doit être acceptée si elle est de 6 mm du bord inférieure de la surface de la pâte.
- Placer l'éprouvette dans l'armoire humide pour raison de déterminer les prises du ciment.
- Reprendre les essais avec d'autres quantités d'eau, si ces valeurs ne sont pas réalisées.



**Figure III.12 :** Cuve de malaxeur.

#### **III.4.4. Essais mécaniques**

La résistance d'un mortier (ciment+ sable (normalisé) + eau) est directement dépendante du type de ciment, il s'agit de définir la qualité de résistance d'un ciment plutôt que d'un mortier.

##### **III.4.4.1. Préparation des éprouvettes de mortiers**

- Préparer une série des moules de dimensions 4×4×16 cm (figure III.13).
- On graisse légèrement le moule puis on les fixe sur la table à choc (figure III.14).
- Remplir avec précaution à l'aide d'une cuillère convenable, le moule à moitié et dans chaque compartiment de celui-ci.
- Étaler la couche uniformément en utilisant une spatule (tenez-le verticalement, mouvements de va-et-vient), et on met le moule dans l'appareil à choc pour 60 coups pour dégager les bulles d'air.
- Introduire la deuxième couche, niveler avec la spatule et redémarrer l'appareil pour d'autres 60 coups.
- Retirer avec précaution le moule de l'appareil à choc, enlever immédiatement
- Étiqueter les moules pour identification.
- Placer sans tarder les moules dans une armoire humide a régulation de température pendant 24h.
- Après 24h de cure ainsi faire sortir le moule et procéder au démoulage des éprouvettes.
- Immerger sans tarder les éprouvettes dans un bain d'eau (figure III.15) a régulation de température à 20 °C.

- Détermination des résistances de compression (figure III.16) de l'éprouvette pour 2 jours, 7 jours et pour 28 jours.



**Figure III.13 :** Moules d'éprouvettes.



**Figure III.14 :** Table à choc.



**Figure III.15 :** Bain d'eau.



**Figure III.16 :** Appareil d'essais de Compression et de flexion.

# **Chapitre IV**

## **Résultats et discussions**

## VI.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux obtenus lors des essais d'analyse et de caractérisation physique et mécanique des ciments élaborés à partir de deux clinkers de différents pourcentages en alcalis.

## VI.2. Analyse chimique des échantillons

### VI.2.1. Analyse de la fluorescence X (XRF)

Les tableaux ci-dessous VI.1 à VI.4 présentent l'ensemble des résultats d'analyse des échantillons de clinker, gypse, calcaire et ciment, obtenus par la fluorescence X (XRF).

**Tableau VI.1 : Résultats de la fluorescence X (XRF) de clinker.**

/	Échantillon	
	Clinker A	Clinker B
<b>Composition [%]</b>		
SiO <sub>2</sub>	21,77	21,49
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,9	5,46
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,56	3,51
CaO	66,75	66,36
MgO	0,77	0,87
SO <sub>3</sub>	0,35	0,37
K <sub>2</sub> O	0,48	0,41
Na <sub>2</sub> O	0,4	0,13
<b>Les composés minéralogie</b>	/	
C <sub>3</sub> S	58,86	62,65
C <sub>2</sub> S	17,29	13,57
C <sub>3</sub> A	9,62	8,54
C <sub>4</sub> AF	10,67	10,67
<b>Les tests modulent</b>	/	
LSF	95,04	96,32
MS	2,3	2,4
AM	1,66	1,55

**Tableau VI.2 : Résultats de la fluorescence X (XRF) de Gypse.**

Composition (%)	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
Échantillon								
<b>Gypse</b>	4.49	1.13	0.41	26.82	2.98	<b>38.81</b>	0.14	0.20

**Tableau VI.3 : Résultats de la fluorescence X (XRF) de Calcaire.**

Composition (%)	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
Échantillon								
<b>Calcaire (%)</b>	1.24	0.32	0.27	<b><u>53.3</u></b>	0.63	0.1	0.03	0.07

**Tableau VI.4 : Résultats de la fluorescence X (XRF) de ciment.**

Composition (%)	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
Échantillon								
<b>Ciment A</b>	20,82	5,65	3,4	64,67	0,9	2,29	0,46	0,39
<b>Ciment B</b>	20,55	5,23	3,36	64,3	1	2,31	0,4	0,13

La comparaison des analyses chimiques de fluorescence X (XRF) des deux clinkers (Tableau VI.1) montre que leur composition chimique est presque identique, et que les clinkers A et B ont la même quantité de C<sub>4</sub>AF (10.67%), qu'il n'y a pas de différence significative entre la quantité de C<sub>3</sub>A (9.62%, 8.54% respectivement), et présentent des contenus C<sub>2</sub>S et C<sub>3</sub>S différents.

Les tableaux VI.2 et VI.3 présentent respectivement la composition chimique du gypse et du calcaire utilisés dans cette étude. Selon les spécifications internes de la cimenterie de MEFTAH, le SO<sub>3</sub> du gypse doit être supérieur à 35% et le calcaire contenant du CaO ≥ 47%. D'après les résultats obtenus, nous sommes dans la fourchette spécifiée.

Selon les résultats de tableau VI.4 on constate que la composition chimique des ciments A et B sont pratiquement identiques.

### **VI.2.2. Résultats de la Diffraction de rayon X (DRX)**

Le tableau VI.5 présente les résultats de diffraction des rayons X des deux clinkers.

**Tableau VI.5 : Résultats de la Diffraction de rayon X (DRX) de clinker.**

Type	XRD															
	Alite M1 [%]	Alite M3 [%]	Alite [%] SUM	Belite [%]	Aluminate cub. [%]	Aluminate orth. [%]	Aluminate total [%]	Ferrite [%]	Free lime [%]	Portlandite [%]	Lime [%]	Periclase [%]	Arcanite [%]	Aphtitalite [%]	Ca-Langbeinite [%]	Anhydrite [%]
Clinker A	30,58	24,01	54,58	22,67	2,92	<b>6,67</b>	9,60	11,55	0,25	0,10	0,18	0,04	0,56	0,31	0,32	0
Clinker B	19,93	50,83	70,76	8,89	4,35	<b>3,86</b>	8,21	10,22	0,56	0,07	0,6125	0,34	0,83	0,13	0	0

Les spectres de diffraction des rayons X des deux clinkers sont différents. Plusieurs paramètres influencent le développement des résistances et les performances de ciment, parmi eu les alcalins volatiles qui impactent les formes cristallines des minéraux du clinker en particulier le C<sub>3</sub>A (Aluminate tricalcique) qui se trouve en deux formes cubique et orthorhombique selon la présence des volatiles dans son réseau cristallin.

Selon les résultats de tableau VI.5 on remarque que le clinker A contient un pourcentage de l'aluminate cubique inférieure au clinker B (2.92% et 4.35% respectivement), par contre le clinker B contient un pourcentage en aluminate orthorhombique inférieur au clinker A (3.86 et 6.67% respectivement). La présence de C<sub>3</sub>A sous forme orthorhombique dans le clinker A (**6,67%**), signe que tous les alcalins ne sont pas saturés, Ce rapport est donc potentiellement d'être source de perturbations rhéologiques du ciment qui influent directement sur le temps de prise et la résistance à la compression après 28jours.

### VI.2.3. Résultat de la chaux libre CaO<sub>L</sub> des clinkers

**Tableau VI.6 : Résultats de la chaux libre de clinker**

Échantillon	Clinker A	Clinker B
CaO <sub>L</sub> (%)	0.40	0.33

Le tableauVI.6 donne respectivement le pourcentage de chaux libre contenu dans les clinkers. Les valeurs de la chaux libre sont considérées comme niveau acceptable selon les spécifications interne du S.C.MI qui exigent une teneur de chaux libre inférieur ou égale 1.5%.

**Tableau VI.7 : Résultat de la chaux libre du ciment.**

<b>Échantillon</b>	<b>CEM A</b>	<b>CEM B</b>
<b>CaO<sub>L</sub>(%)</b>	0.54	0.29

Le tableau VI.7 présente les résultats de la chaux libre des ciments, le pourcentage de la chaux libre dépend l'addition de calcaire, tel que le ciment est un ciment portland (sans ajout) on remarque que le pourcentage de CaO<sub>L</sub> est légèrement faible (0.54% et 0.29%). Notons que la teneur de CaO<sub>L</sub> de ciment est dans les limites courantes (inférieur à 2.5%).

#### **VI.2.4. Résultat du taux d'humidité et la PAF**

**Tableau VI.8 : Résultats de la PAF et l'humidité de Gypse.**

<b>Echantillon</b>	<b>Gypse</b>
<b>Humidité (%)</b>	1.07
<b>PAF 950 °C</b>	20.93

Le tableau VI.8 présente les résultats du taux d'humidité et de la perte au feu du gypse. Selon les spécifications internes du S.C.MI, le gypse qui a une teneur en humidité  $\leq 5\%$  est un pourcentage de PAF  $\leq 23\%$  considéré comme un gypse toléré pour la fabrication de ciment.

**Tableau VI.9 : Résultat de la perte au feu du ciment.**

<b>Échantillon</b>	<b>CEM A</b>	<b>CEM B</b>
<b>PAF (%)</b>	0.87	1.23

Le tableau VI.9 présente les résultats de la PAF des deux ciments (ciment A et B), La perte de feu dépend de la matière ajoutée (ajout calcaire) dans le ciment utilisé. Les valeurs de la perte au feu sont dans les limites courantes inférieures  $\leq 5\%$ . (Norme NA 5042). Ces

résultats confirment que l'incorporation de l'ajout calcaire dans le ciment avec cette teneur opérationnelle respecte totalement la norme citée.

### VI.3. Caractérisation physique et mécanique du ciment

#### VI.3.1. Refus du tamis 45 $\mu\text{m}$

**Tableau VI.10 : Résultats de la finesse 45 $\mu\text{m}$ .**

Échantillon	CEM A	CEM B
Refus (%)	26.4	27.8

Le tableau VI.10 présente les résultats du refus ou la finesse 45 $\mu\text{m}$  des échantillons de ciment. Ces résultats montrent que le taux de fines particules est presque le même pour les deux ciments étudiés. La différence constatée dans les phases cristallines de l'alite  $\text{C}_3\text{A}$  n'a pas influencé le processus de broyage pour l'obtention du taux de fines particules.

#### VI.3.2. Surface spécifique par la méthode Blaine

**Tableau VI.11 : Résultats de la surface spécifique Blaine.**

Échantillon	CEM A	CEM B
SSB ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	3520	3308

Le tableau VI.11 présente les résultats de la surface spécifique BLAINE obtenu de ciment. Rappelons que la surface spécifique Blaine varie en fonction de temps de broyage et elle caractérise la finesse du ciment. Cette valeur varie selon le type de ciment, généralement comprise entre 2800 et 5000  $\text{cm}^2/\text{g}$  selon la norme NF EN 196-6.

D'après le tableau VI.10, on constate que le pourcentage de refus des particules fines de ciment (26.4% et 27.8% respectivement) est complètement en accord avec les surfaces spécifiques Blaine de 3520 et 3308  $\text{cm}^2/\text{g}$  qui confirment une finesse du ciment dans la norme respectée.

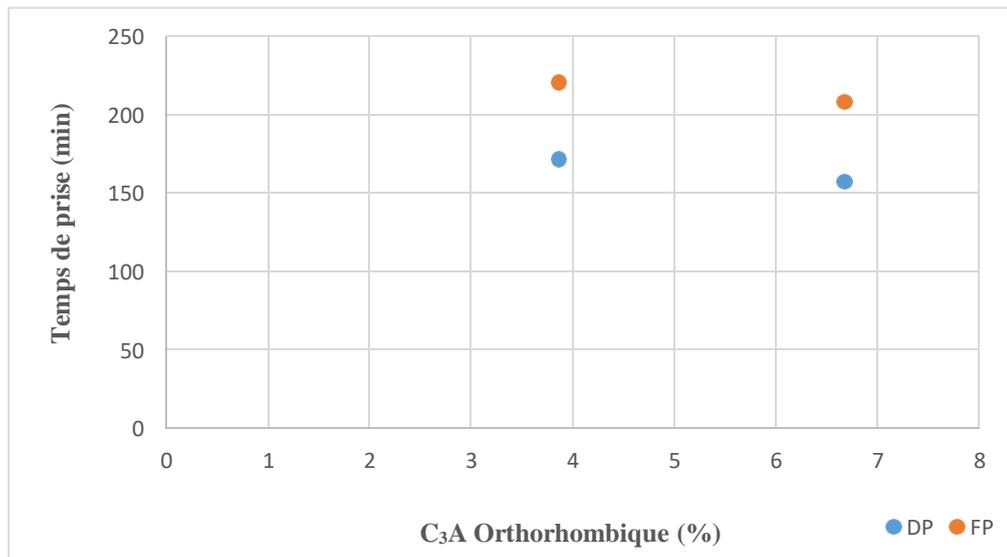
### VI.3.3. Temps de prise

Tableau VI.12 : Résultats du temps de prise DP et FP.

Échantillon	CEM A	CEM B
Temps de prise DP (min)	156	170
Temps de prise FN (min)	207	220

Rappelons que ces ciments ont été produit en utilisant les deux type de clinker (clinker A et B) et de combinaisons de chaque forme de sulfate alcalins avec du gypse. Les deux ciments étudiés ont des pourcentages en alcalin équivalent différents de 0.72 % et 0.40% respectivement.

Le tableau VI.12 ci-dessous présente le résultat de mesure de temps de prise de chaque ciment. Le mortier de ciment B a un temps de prise plus long que le mortier de ciment A qui a un temps de prise légèrement inférieure.



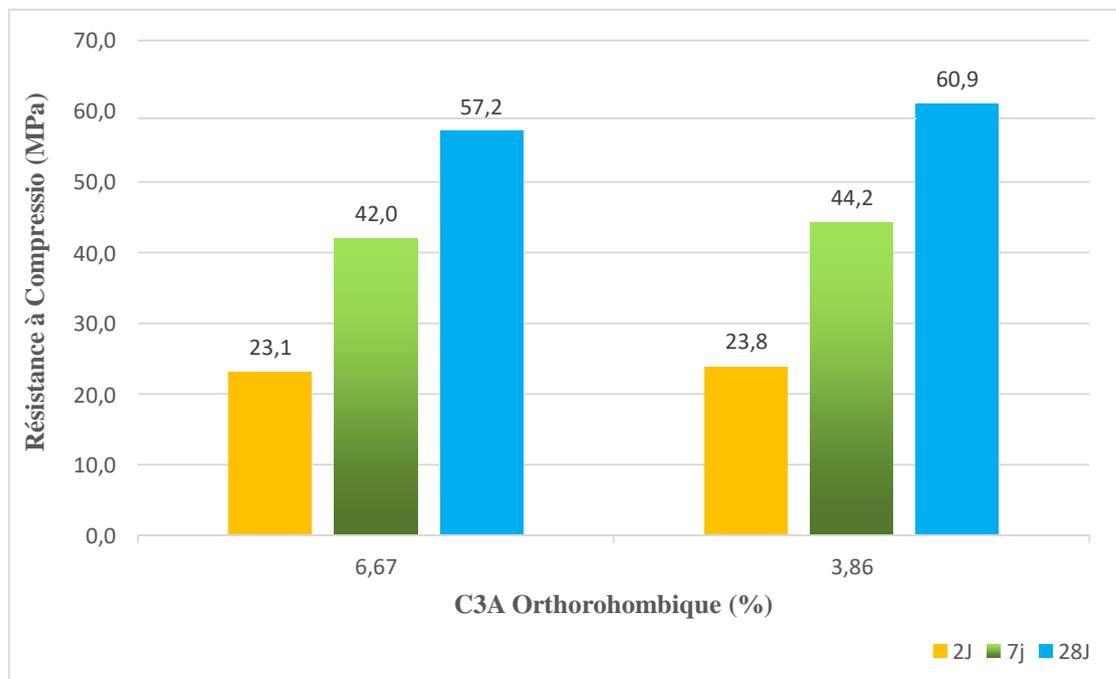
**Figure VI.1** : Variation du temps de prise du ciment en fonction de l'Aluminate orthorhombique.

Selon la figure VI.1 qui représente la variation de temps de prise de ciment en fonction de l'Aluminate orthorhombique, on constate une diminution de temps de prise de ciment avec l'augmentation du pourcentage des C<sub>3</sub>A orthorhombique. Selon les résultats obtenus on note que l'augmentation de la quantité de C<sub>3</sub>A orthorhombique incorporés dans le clinker a un effet sur le temps de pris (début et fin de prise) de ciment.

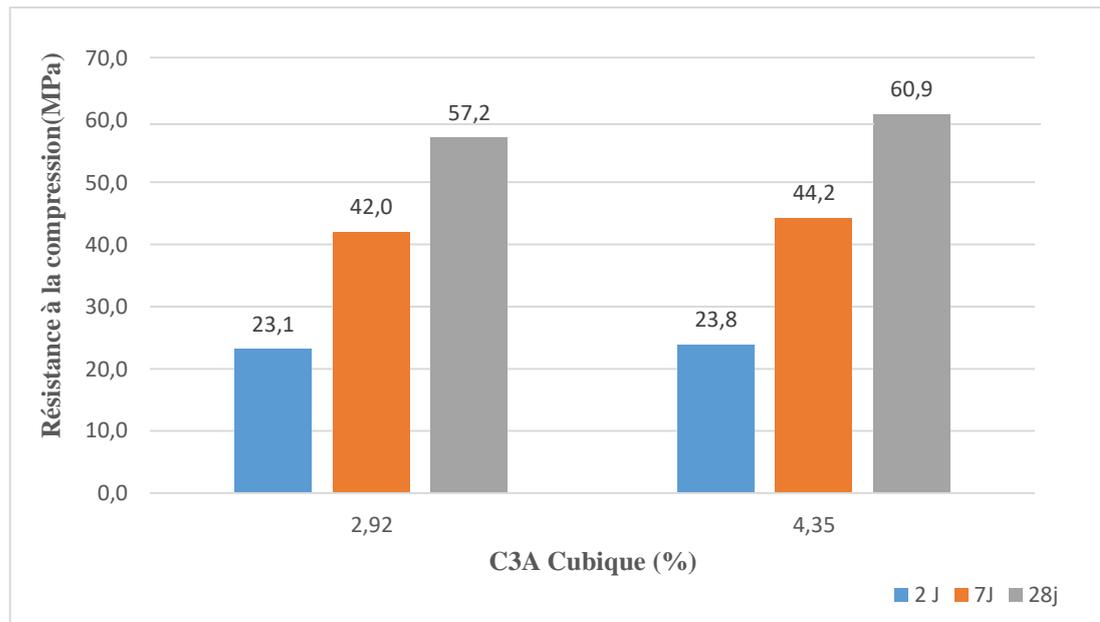
## VI.3.4. Résistance à la compression

Tableau VI.13 : Analyse des résistances mécanique de compression.

Échantillon	CEM A	CEM B
Résistance 2J (MPa)	23.1	23.8
Résistance 7J (MPa)	42.0	44.2
Résistance 28J (MPa)	57.2	60.9



**Figure VI.2 :** Histogramme de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de C<sub>3</sub>A orthorhombique.



**Figure VI.3 :** Histogramme de la résistance à la compression en fonction du pourcentage de C<sub>3</sub>A cubique.

Le résultat d'essai mécanique (compression) réalisés sur les éprouvettes de mortier et testées aux différents durés de durcissement (2, 7 et 28 jours) sont rapportés successivement dans le tableau VI.13 et présentés par les histogrammes VI.2 et VI.3. Selon les résultats de tableau VI.13 on constate que :

- À jeune âge la résistance du ciment A et B quasiment identiques (23.1 MPa et 23.8 MPa respectivement),
- la résistance à 7 jours du ciment B est supérieure par rapport à celle de A de 2.2 MPa (44.2 MPa et 42.0 MPa).
- Enfin, pour la résistance à 28 jours on constate qu'il y a une augmentation de 3.7 MPa pour le ciment B par rapport au ciment A (60.9 MPa et 57.2 MPa).

D'après ces figures, on remarque que l'accroissement des résistances en fonction de l'âge de durcissement est pratiquement identique pour tous les échantillons testés. Alors que pour la même durée de durcissement on constate que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation de C<sub>3</sub>A orthorhombique. Mais on remarque aussi que cette diminution reste dans les normes (tableau A.3). Par contre on constate l'augmentation de la résistance avec l'augmentation de la forme C<sub>3</sub>A cubique.

Selon les résultats obtenus on note que l'augmentation de la forme de l'aluminate orthorhombique incorporé dans le clinker a un effet négatif sur la résistance de ciment (On peut remarquer clairement à long terme, 28 jours).

## **Conclusion général**

## Conclusion générale

La recherche bibliographique menée au début de cette étude était indispensable pour obtenir des informations sur le ciment, son processus de fabrication ainsi que la réactivité du clinker.

Cette étude a permis une évaluation empirique de l'impact des alcalis volatils affectant les formes cristallines des minéraux du clinker, en particulier l'aluminate tricalcique  $C_3A$ , en fonction de la présence de substances volatiles dans leur réseau cristallin, sur les caractéristique chimique, physique et mécanique du ciment. Les principaux résultats obtenus peuvent être cités comme suit :

- ✓ L'analyse XRF de la composition chimique ne donne aucune information sur le contenu réel de la phase minéralogique (uniquement les éléments)
- ✓ Le pourcentage de la chaux libre du ciment dépend de l'addition de calcaire.
- ✓ Les phases cristallines de l'aluminate tricalcique  $C_3A$  (cubique et orthorhombique) n'ont pas affecté le processus de broyage.
- ✓ La surface spécifique Blaine varie en fonction du temps de broyage et elle est influée par la finesse du ciment et son refus.
- ✓ Les formes cristallines de l'aluminate tricalcique  $C_3A$  ont un effet sur le temps de prise du ciment (début de prise et fine de prise).
- ✓ Les formes cristallines de  $C_3A$  ont un effet sur la résistance à la compression du ciment à long terme (résistance à 28 jours).
- ✓ L'impact de la forme du l'aluminate tricalcique  $C_3A$  est très important. Les ciments avec un pourcentage de  $C_3A$  cubique supérieur au pourcentage de  $C_3A$  orthorhombique présentent un meilleur comportement rhéologique.

# **Annexes**

## **Annexe 1**

### **A.1. Les principes des méthodes d'analyse**

#### **A.1.1. Spectrométrie de fluorescence X (XRF)**

L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons X, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité. L'état excité est instable, les atomes tendent alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, sous forme de photons X notamment. Chaque atome, ayant une configuration électronique propre, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde propres. C'est le phénomène de fluorescence X qui est une émission secondaire de rayons X, caractéristiques des atomes qui constituent l'échantillon. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet à la fois de connaître la nature des éléments chimiques présents dans un échantillon ainsi que leur concentration massique [33].

#### **A.1.2. Diffractions de rayon X (DRX)**

La méthode de Rietveld est une méthode d'analyse en diffractométrie de rayons X qui fut développée en 1969 par le cristallographe néerlandais Hugo Rietveld [40].

Cette méthode consiste à simuler un diffractogramme à partir d'un modèle cristallographique de l'échantillon, puis d'ajuster les paramètres de ce modèle afin que le diffractogramme simulé soit le plus proche possible du diffractogramme [40].

Pour ce calcul il faut prendre en compte un grand nombre de paramètre :

- Les caractéristiques du diffractomètre : géométrie, longueur(s) d'onde, décollage de zéro, aberration...
- Le fond continu.
- La position, la forme et l'intensité des pics de Bragg.

#### **A.1.3. La chaux libre CaO<sub>L</sub>**

Méthodes d'analyses réalisées pour extraire la chaux libre ou la chaux non combinée par le glycol éthylénique (CH<sub>2</sub>OH)<sub>2</sub>, qui est un bon solvant de la chaux. L'acidimétrie permet donc de titrer la chaux libre du clinker dans la solution de glycol, la base formée est proportionnelle aux quantités de CaO dissocié dans la solution. Le dosage est réalisé par un

acide fort (HCl 0.1N), en présence d'un indicateur coloré (bleu de bromocrésol) qui permet de détecter le point d'équivalence [37].

#### **A.1.4. Humidité**

Le taux d'humidité est calculé à partir de la différence de poids d'une prise d'essai avant et après séchage à l'étuve à une température de  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  pendant 1 heure [36].

#### **A.1.5. La PAF (la perte au feu)**

Par calcination à l'air, le gaz carbonique et l'eau sont volatilisés. Les éléments oxydables éventuellement présents peuvent être oxydés [37].

#### **A.1.6. La surface spécifique BLAINE**

Le principe de ce test est de savoir si le ciment est bien broyé ou non, l'idée c'est que plus les grains ont des petites dimensions (des petits diamètres) plus le vide entre les grains est négligeable parce que l'air ne passe pas rapidement [37].

#### **A.1.7. Refus**

C'est une étude granulométrique qui consiste à déterminer le pourcentage des grains selon leurs dimensions en passant l'échantillon à travers un tamis à porosité déterminée par un courant d'air. Les grains dont les dimensions supérieures aux mailles du tamis constituent donc le refus [37].

#### **A.1.8. Temps de prise**

Le début et fin de prise est déterminé à l'aide d'un appareil de Vicat manuel ou automatique, qui est inséré dans un moule tronconique rempli de pâte [20].

#### **A.1.9. Essais mécaniques (compression)**

L'essai consiste à étudier les résistances à la compression d'éprouvettes de mortier normal. Dans un tel mortier la seule variable est la nature de liant hydraulique ; la résistance du mortier est alors considérée comme significative de la résistance du ciment [37].

## Annexe 2

### Etude gypsage

Pour améliorer la réactivité du clinker en favorisant la formation d'alcali soluble dans le clinker par l'ajout de gypse dans le cru, qui contribuera, la quantité nécessaire de sulfates pour saturer les alcalis présents dans le clinker. Un alcali soluble plus élevé dans le clinker se traduira par une résistance élevée sur une journée et une réduction du temps de prise initial. Ce clinker avec une teneur en alcali soluble plus élevée devrait permettre d'améliorer la consommation de ciment.

## Annexe 3

Le ciment C (utilisé pour une simulation).

Ciment portland au calcaire : CEM II/42.5 A-L N.

✧ 79% Clinker B avec 5% gypse et 16% Ajout Calcaire.

**Tableau A.1 : Caractéristiques physiques et mécaniques de CEM C.**

Physique				Mécanique		
Refus	SSB (cm <sup>2</sup> /g)	Début de prise (min)	Fin de prise (min)	Résistance à la compression (Mpa)		
				2j	7j	28j
27,1	3500	189	296	19,7	35	42,5

**Tableau A.2 : Caractéristiques chimiques de CEM C.**

Composition (%)	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	CaO <sub>L</sub>	PAF
CEM C	17,79	4,32	3,09	60,8	0,87	2,71	0,44	0,13	0,4	8

Les tableaux A.1 et A.2 représentent les caractéristiques physiques, mécaniques et chimiques de CEM C. D'après ces résultats et on comparaison avec les normes Algériennes on constate que le ciment C est un ciment conforme à la norme.

L'influence des alcalins volatil sur la réactivité du clinker et donc sur les performances du ciment étant bien prouvé dans notre étude, son effet sera plus sévère lors de la fabrication du ciment avec ajout d'un point de vue économique, car la fraction de clinker sera plus importante au détriment d'additifs pour obtenir la résistance requise.

Dans cet exemple une simulation était faite sur un ciment avec ajout calcaire pour mieux comprendre cet impact, (les chiffres et les prix sont réels) :

+0,32% en  $\text{NaO}_{\text{éq}}$  donne un clinker avec 2,81 % de  $\text{C}_3\text{A}$  ortho (-1,43 %  $\text{C}_3\text{A}$  Cubique) par la suite une chute de résistance RC 28j = - 3,8 MPa dans le ciment (sans ajout).

Pour la fabrication de 1 million de tonne du ciment le budget était fixé à 77% clinker avec un taux d'ajout de 18% pour une cible RC 28j de **48 MPa ± 3**.

Le passage de 18% à 15 % d'ajout calcaire (+3% clinker) pour garder le même niveau de résistance du ciment à générer des coûts supplémentaires de 30000 tonne de clinker par an ce qui représente un perte de quatre-vingt et un millions de dinars de clinker.

l'impact réactivité clinker sur les résistance et par la suite sur le % ajout et les volume				Coûts Variables	
1) POUR CEM II/A 42.5 ---> C/K (clinker factor) Amélioration:					
Prix (DZD/tn)	Composé	Unit	Actuel	Future	
2700	Clinker	[%]	79,00	82,0	+0.32% $\text{NaO}_{\text{éq}}$ --> 3% $\text{C}_3\text{A}$ ortho -->
1030	Gypsum	[%]	5,00	5,0	-3MPa Rc 28j --> 3% clinker en plus dans
320	Ajout	[%]	16,00	13,0	le ciment
	Sum		100	100,0	
	clinker savings tn/year		-30000		tn de clinker en plus pour 1Million de tn de ciment produit
	Cement (tn/y)Budget :		1 000 000	tn	
	Savings clinker (DZD/year)		-81000000,00		Quatre-vingt et un millions de Dinar de clinker
	Additional gypsum (DZD)/year:		0,00		
	Additional limestone (DZD)/year		9600000,00		
	Savings total cement (DZD)/year		- 71 400 000,00 DZD		
	Savings total cement (Euros)/year		- 476 000,00 €		Quatre cent soixante-seize mille euro de perte annuel

## Annexe 4

### Les normes

**Tableau A.3 : Exigences mécaniques et physiques définies en termes de valeurs caractéristiques [4].**

Classe de résistance	Résistance à la compression Mpa			Temps de Début de prise	
	Résistance à courte terme		Résistance courante		
	2 jours	7 jours	28 jours	min	
32,5 L	/	$\geq 12$	$\geq 32,2$	$\leq 52,5$	$\geq 75$
32,5 N	/	$\geq 16$			
32,5 R	$\geq 10$	/			
42,5 L	/	$\geq 16$	$\geq 42,5$	$\leq 62,5$	$\geq 60$
42,5 N	$\geq 10$	/			
42,5 R	$\geq 20$	/			
52,5 L	$\geq 10$	/	$\geq 52,5$	/	$\geq 45$
52,5 N	$\geq 20$	/			
52,5 R	$\geq 30$	/			

# **Bibliographie**

---

## Bibliographie

- [1]. A. AYADI, chimie du clinker et ciment.
- [2]. CH. MENIAI « Détermination de la teneur des alcalins solubles nécessaire pour améliorer la qualité du ciment », mémoire de master, université BADJI MOKHTAR-ANNABA (2018).
- [3]. A. MEROUANE « Synthèse et caractérisation d'un ciment belitique riche en  $\alpha$ -L-C<sub>2</sub>S et de haute réactivité hydraulique », mémoire de magister, université des Sciences et de la Technologie MOHAMED BOUDIAF, ORAN, ALGÉRIE (2009).
- [4]. M. YAHYA « Contribution à la valorisation d'un déchet de cimenterie (ciment hydraté) pour l'élaboration d'un nouveau ciment », mémoire de master, université MOHAMED BOUDIAF, M'SILA, ALGÉRIE (2016).
- [5]. P. LALAN « Influence d'une température de 70°C sur la géochimie, la microstructure et la diffusion aux interfaces béton / argile » thèse de doctorat, université de recherche paris sciences et lettres, FRANCE (2016).
- [6]. F. BENALI « Elaboration et caractérisation d'un réfractaire monolithique à base de kaolin », université FERHAT ABBAS, SÉTIF, ALGÉRIE (2015).
- [7]. W. KURDOWSKI cement and concrete Chemistry, Springer Science+Business Media B.V. 2014, p21-31.
- [8]. JEAN P. MERCIER, GERALD ZAMBELLI, WILFRIED KURZ ; Introduction à la science des matériaux ; PPUR presses polytechniques, P127. 1999 ;
- [9]. B. NASSIMA et Z. AKILA « Effet du mode d'introduction de la nano-silice sur les propriétés rhéologiques et physicomécaniques des pâtes cimentaires et mortiers de ciment », mémoire de master, université M'HAMED BOUGERA, BOUMERDES ; 2016 – 2017.
- [10]. M. CODINA « Les bétons bas PH Formulation, caractérisation et étude à long terme », thèse de doctorat, L'institut national des sciences appliquées (2007).
- [11]. B. JEAN ROBERT « Modélisation de l'apport d'énergie par combustibles alternatifs dans les fours tournants de production de ciment », Thèse de doctorat, université de PAU ET DES PAYS DE L'ADOUR, Mars (2018).

- [12]. H. MEBARKI « Étude comparative des clinkers de l'ouest Algérien : Analyse Physico-chimique et Applications », mémoire de master, université de TLEMCEN, ALGÉRIE (2013).
- [13]. Manuel opératoire de la cimenterie MEFTAHA.
- [14]. <https://www.infociments.fr>.
- [15]. Étude de la qualité du piégeage des matières organiques par la matrice cimentaire Vis-à-Vis de la lixiviation, université LORRAINE FRANCE.
- [16]. F. GHOMARI « Cours Science des matériaux de construction », université ABOUBEKR BELKAID, ALGÉRIE (2006).
- [17]. CH. CHARRON HOLCIM « L'industrie de ciment données générales », école thématique (2008).
- [18]. W. AZZOUZ et M. REZIG « Valorisation des poussières de farine crue issues de l'industrie cimentière dans le traitement des eaux urbaines », mémoire de licence, université MOULAY TAHAR, SAIDA, ALGERIE (2014).
- [19]. LAFARGE « Programme de développement de la maîtrise de la qualité : Réactivité de clinker ».
- [20]. A. GHERMAOUI « Effets de certains métaux sur les propriétés physico-chimiques des mortiers de ciment de BÉNI-SAF sans ou avec ajout de pouzzolane », mémoire de master, université ABOUBEKR BELKAID, TLEMCEN, ALGÉRIE (2015).
- [21]. A. BENGUEDOURA « Synthèse et caractérisation de silicates de calcium hydrates (C.S.H) hybrides », thèse de magister, université CONSTANTINE I, ALGÉRIE (2013).
- [22]. H. DEROUICH « Réactivité de deux variétés cristallines de la phase aluminatetricalcique C<sub>3</sub>A du ciment en présence ou non de super plastifiant », mémoire de master, université de HENRI POINCARÉ, (2011).
- [23]. R. ELODIE « Etude des modes d'action d'agents de mouture sur le broyage du clinker », thèse de doctorat, université JEAN MONNET, Saint-Etienne, Algérie (2006).

- [24]. A. ZENNOUCHE « Compatibilité ciment au laitier-super plastifiants. Application à l'étude du comportement rhéologique et physico-mécanique des BAP », mémoire de master, université M'HAMED BOUGARA BOUMERDES (2016).
- [25]. Y.BENRACHI « Étude thermique de l'aluminate tricalcique dopé par le chrome et le phosphore », thèse de doctorat, Ecole de printemps sur les substances minérales, Juin 2001.
- [26]. S.BOURAOUI « Effet des sulfates alcalin dur les propriétés des ciments avec et sans super plastifiant », Mémoire de maitrise ès sciences appliquées, université DE SHERBROOKE CANADA, Janvier 1997.
- [27]. <https://www.cement.com/forum/thread/152173/re-impact-of-alkaly-sulphure-and-chlorine-in-klin-operation-and-clinker-quality-.html>.
- [28]. KH. DERQAOUI « Chapitre 3 la composition chimique de clinker ».
- [29]. K. CHATTERJEE, in advances in cement technology, S.N. Ghosh, Ed., Pergamon Press Ltd., OXFORD (1983).
- [30]. N. MOKRANE et H. SADLI « Valorisation du gypse dans le domaine par-pharmacologie Cas pratique: élaboration d'un savon dermatologique », mémoire de master, université ABDERAHMANE MIRA, BEJAIA, ALGÉRIE (2017).
- [31]. F. BEN MOSTEFA et K. BOUHAFS « Etude de la Durabilité des mortiers à base de pouzzolane », mémoire de master, centre universitaire BELHADJ BOUCHAIB, AIN TEMOUCHENT, ALGÉRIE (2017).
- [32]. A. HADJSADOUK « Durabilité des mortiers à base de ciment avec ajouts calcaire », mémoire de magister, université de SAAD DAHLEB, BLIDA, Juin 2004.
- [33]. Andrew T. Ellis, Royal Society of Chemistry (Great Britain); P. J. Potts, Margaret West; Portable X-ray Fluorescence Spectrometry: Capabilities for in Situ Analysis; Royal Society of Chemistry, p 116. 2008.
- [34]. Thermatht.fr.
- [35]. Le document PDF LAFARGE centre de viviers « Introduction à la fabrication du ciment Algérie », P.58-175.
- [36]. ISO 662 .1998.Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.
- [37]. Documentation de la cimenterai de MEFTAHA S.C.MI.

[38]. H. HADDOU « Comportement des mortiers à base d'un ciment portland et ciment composé de BÉNI-SAF dans un milieu agressif », mémoire de master, université de TLEMCEN, ALGÉRIE (2015).

[39]. 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

[40]. Principe\_de\_1\_affinement\_rietveld.txt.