

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université Saad Dahlab Blida**  
**Faculté des Sciences de l'Ingénieur**



*Mémoire de fin d'études*  
*en vue de l'obtention du diplôme*  
*de Master en Technologie des Matériaux*

## **Thème**

**Influence de la température du  
clinker et du tuf sur le procédé de  
broyage du clinker à ciment**

*Réalisé par :*  
**S.RESSAM**

*dirigé par:*  
**Mr D. TOUIL**

**Promotion 2010-2011**

## Conclusion générale

Des expériences de broyage du clinker à ciment et du mélange clinker-tuf sont effectuées dans un broyeur à boulets de laboratoire. L'influence de la température de ces matériaux à leur aptitude au processus de broyage est mise en évidence. Les principaux résultats sont résumés comme suit:

- Le procédé de broyage du clinker se caractérise par une faible efficacité de transfert d'énergie, la majeure partie de l'énergie utilisée est dégradée en chaleur.
- L'incorporation de 25% de tuf au clinker participe d'une manière significative à l'amélioration du processus de broyage.
- La diminution de la température du clinker est favorable à l'amélioration du procédé de broyage.
- L'augmentation de la température du tuf est aussi favorable à l'amélioration de ce procédé.
- Pour une variation de température de 180°C, la production de surfaces atteint des valeurs respectives de 497 et 291 cm<sup>2</sup>/g.
- Il est d'intérêt pour le secteur cimentier national de contrôler au mieux la température du clinker après refroidissement à des valeurs faibles.

# **Chapitre I**

## **Le broyage du clinker dans l'industrie du ciment**

## **Introduction**

Le ciment est une matière pulvérulente formant avec l'eau une pâte liante, capable d'agglomérer, durcissant et atteignant en peu de jours son maximum de résistance. Après durcissement cette pâte conserve sa résistance et sa stabilité, même sous l'eau. Son emploi le plus fréquent est sous forme de poudre utilisée avec de l'eau pour agréger du sable fin et du gravier (granulat) pour donner le béton. Les ciments Portlands artificiels sont actuellement les ciments les plus utilisés dans le monde. Un ciment artificiel est un produit provenant du broyage d'un semi-produit désigné sous le nom de clinker avec du gypse et éventuellement d'autres matériaux, appelés ajouts, pouvant présenter une aptitude similaire au clinker du point de vue des résistances mécaniques.

Dans ce chapitre, nous présentons les grandes lignes du processus de fabrication du ciment, tout en précisant l'intérêt du procédé de broyage du clinker.

### **I.1 Processus de fabrication du clinker par voie sèche**

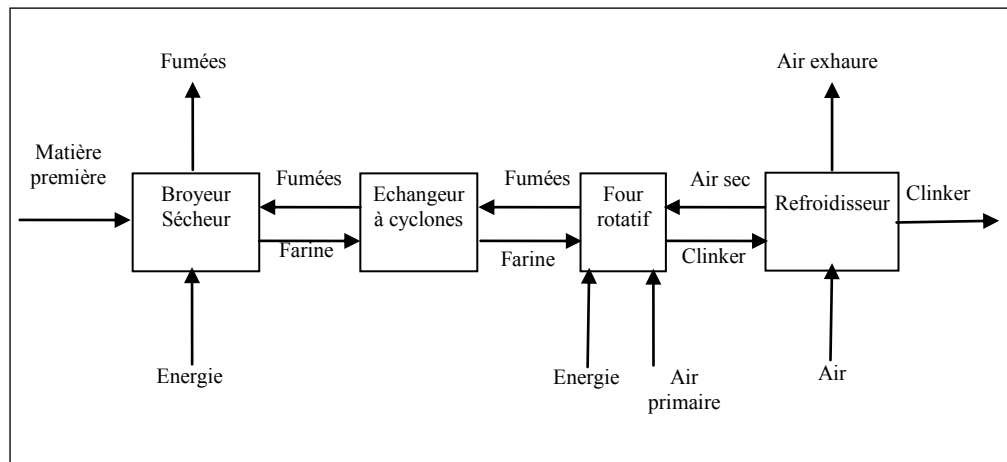
Les techniques des procédés de fabrication du clinker se distinguent, entre elles, par le nombre de stades de préparation de la matière première avant son introduction dans le procédé de cuisson. Bien entendu, les considérations économiques restent primordiales, dans le choix d'une technique de fabrication qui soit en concordance avec la nature de la carrière. Les processus d'élaboration ont profondément évolué au cours de ce siècle. Les procédés de fabrication du clinker par voie sèche supplantent progressivement les procédés par voie humide, semi-sèche et semi-humide. Les procédés par voie sèche constituent à ce jour les modes d'élaboration du clinker les plus modernes et les plus performants.

La fabrication et la mise en œuvre du clinker par voie sèche passent par différentes étapes de transformations physico-chimiques sous l'action d'importantes quantités d'énergie mécanique et thermique tel qu'illustré en figure I.1. Comme son nom l'indique ce procédé utilise une matière sèche où les étapes de séchage se déroulent à l'extérieur du système de cuisson. La récupération d'une grande partie des calories contenues dans les gaz du four et l'absence de déshydratation en font la méthode la moins vorace en consommation d'énergie thermique.

#### **I.1.1 Extraction et préparation de la farine crue**

Les matières premières utilisées en cimenterie (calcaire et argile) sont extraites du sol par l'intermédiaire de carrières. Ces carrières sont généralement à ciel ouvert, car l'exploitation en est plus facile. Quelques rares usines qui exploitent certains bancs de composition

particulièrement avantageuse sont obligés de travailler en carrière souterraine. Les méthodes d'extraction sont différentes suivant que l'on doit extraire un matériau tendre ou dur.



**Figure I.1 : Procédé de fabrication de ciment par voie sèche**

La préparation de la matière première destinée à passer dans le four constitue une étape fort importante de la fabrication du ciment. Cette préparation consiste essentiellement à :

- Réduire les matériaux à l'état de fines particules
- Doser les proportions et homogénéiser soigneusement l'ensemble des différents constituants

Les matières premières doivent être réduites en poudres et séchées, les deux opérations s'effectuant simultanément. Rappelons qu'une poudre dont les grains ne dépassant pas 200  $\mu\text{m}$  ne peut se manipuler facilement que si sa teneur en eau est inférieure à 1 ou 2%. Les matières premières utilisées en voie sèche contiennent généralement moins de 20% d'eau.

Lorsque les matières premières sont de qualité régulière, on effectue immédiatement après le broyage et le séchage un dosage approximatif qui permet de s'approcher de la composition cherchée. Il ne reste plus ensuite qu'à mélanger les contenus de différents titres variés dans les proportions cherchées. En pratique on s'aperçoit qu'une farine est plus difficile à homogénéiser et demande des contrôles plus fréquents et des manipulations plus nombreuses. La préparation du cru consiste à réaliser un mélange homogène de calcaire, d'argile et éventuellement de matériaux complémentaires dans les proportions permettant d'obtenir un clinker dont la composition chimique respecte les limites précisées par le tableau I.1.

Ce tableau indique les valeurs usuelles dans lesquelles s'inscrivent les compositions des crus de cimenteries dans leur ensemble. En fait, une usine donnée ne peut se permettre que des variations très réduites par rapport à une composition optimale propre. Il faut donc élaborer des mélanges des matières de base de calcaire, d'argile ou argilo-calcaire (marnes), de façon

à obtenir la composition chimique voulue. Il est très souvent nécessaire d'affiner cette composition par l'ajout d'autres produits de carrière ou de sous produits industriels.

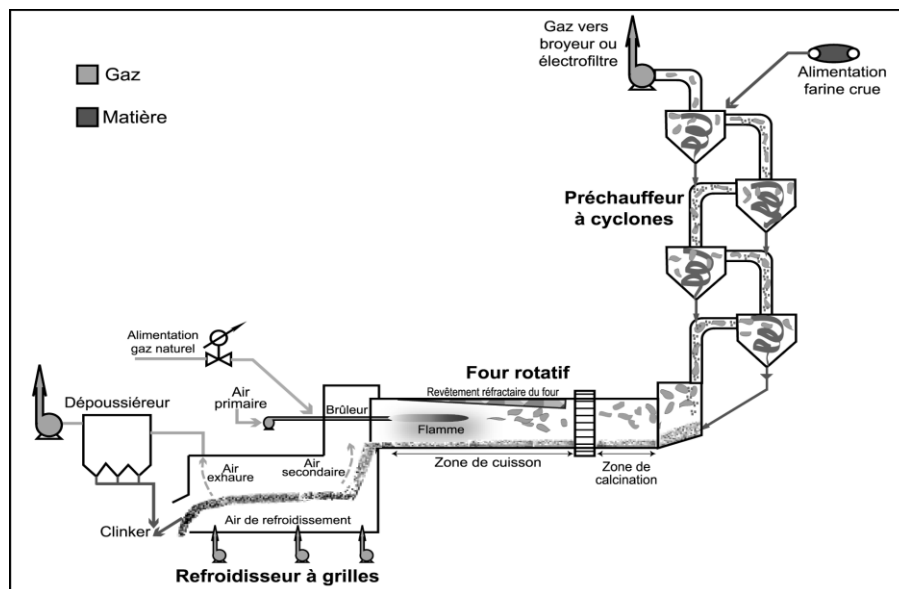
**Tableau I.1 : Teneurs des oxydes dans le cru**

Teneur %	Oxyde						
	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>
Limite	60-69	18-24	4-8	1-8	< 5	< 2	< 3
Moyenne	65	21	6	3	2	1	1

### I.1.2 Cuisson du clinker

La cuisson est le processus de transformation de la farine crue en clinker, par un apport thermique suffisant, pour obtenir des réactions chimiques complètes conduisant à la formation des principaux composés de ce semi-produit (clinkérisation). Le procédé de cuisson (figure I.2) comporte :

- un système de préchauffage du cru
- une partie pour la décarbonatation
- une partie pour la clinkérisation
- un refroidisseur



**Figure I.2 : Exemple d'une ligne de cuisson par voie sèche**

Le préchauffage de la farine crue, ayant un refus au tamis de 160  $\mu\text{m}$  (de l'ordre de 1 à 1,5%) et une humidité de 8 à 9%, s'effectue dans la partie supérieure du préchauffeur à suspension (cyclones). La décarbonatation a lieu dans la partie basse du préchauffeur et la partie amont du four rotatif. La clinkérisation se fait toujours dans la partie aval du four rotatif. Les gaz chauds sont produits dans le four par combustion de charbon, de fuel, de gaz ou de tout produit à haut pouvoir calorifique. Des ventilateurs situés après le préchauffeur et le refroidisseur véhiculent les gaz à travers ces installations. Après passage dans le préchauffeur, la farine progresse vers l'aval sous l'effet de la rotation et la pente du four. Au fur et à mesure de son acheminement, la matière s'échauffe jusqu'à clinkérisation vers 1400 à 1500°C. A la sortie du four, le clinker d'une forte hétérogénéité granulométrique (0,1 – 40mm) tombe dans un refroidisseur où se produisent les échanges thermiques permettant une récupération de chaleur et le refroidissement du clinker.

Le clinker d'une forte hétérogénéité granulométrique (0,1– 40mm), comprend essentiellement les deux silicates de calcium  $3\text{CaOSiO}_2$  ( $\text{C}_3\text{S}$ ) et  $2\text{CaOSiO}_2$  ( $\text{C}_2\text{S}$ ). L'aluminium et le fer passent, en majeure partie, à l'état de  $3\text{CaOAl}_2\text{O}_3$  ( $\text{C}_3\text{A}$ ) et d'une solution solide de composition approximative  $4\text{CaOAl}_2\text{O}_3\text{Fe}_2\text{O}_3$  ( $\text{C}_4\text{AF}$ ). Les proportions de ces éléments dépendent des carrières et du déroulement de la cuisson. La détermination numérique de la composition des phases du clinker d'après Bogue **cité par [1]** fournit des valeurs indices pour la composition réelle des phases. Pour un clinker de ciment portland normal, on admet que :

$$\% \text{C}_3\text{S} = 4,07 \text{ CaO} - 7,60 \text{ SiO}_2 - 6,72 \text{ Al}_2\text{O}_3 - 1,43 \text{ Fe}_2\text{O}_3 \quad (\text{I.1})$$

$$\% \text{C}_2\text{S} = 2,87 \text{ SiO}_2 - 0,75 \text{ C}_3\text{S} \quad (\text{I.2})$$

$$\% \text{C}_3\text{A} = 2,65 \text{ Al}_2\text{O}_3 - 1,69 \text{ Fe}_2\text{O}_3 \quad (\text{I.3})$$

$$\% \text{C}_4\text{AF} = 3,04 \text{ Fe}_2\text{O}_3 \quad (\text{I.4})$$

Ces phases représentent environ 95% de la masse du clinker et sont constituées par les quatre oxydes  $\text{CaO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Les composants secondaires du clinker sont les oxydes  $\text{MgO}$ ,  $\text{SO}_3$  (sous forme de l'ion  $\text{SO}_4^{2-}$ ),  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ , et autres. Les abréviations  $\text{C}_3\text{S}$ ,  $\text{C}_2\text{S}$ ,  $\text{C}_3\text{A}$  et  $\text{C}_4\text{AF}$  correspondent réellement à des phases pures qui n'existent pas dans le clinker industriel. Chacune des combinaisons citées forme des solutions solides avec d'autres oxydes. La qualité de clinker dépend de sa composition chimique et minéralogique. Il est essentiellement composé de quatre phases cristallines dont les teneurs sont présentées au tableau I.2 ci-dessous :

**Tableau I.2 Composition minéralogique du clinker**

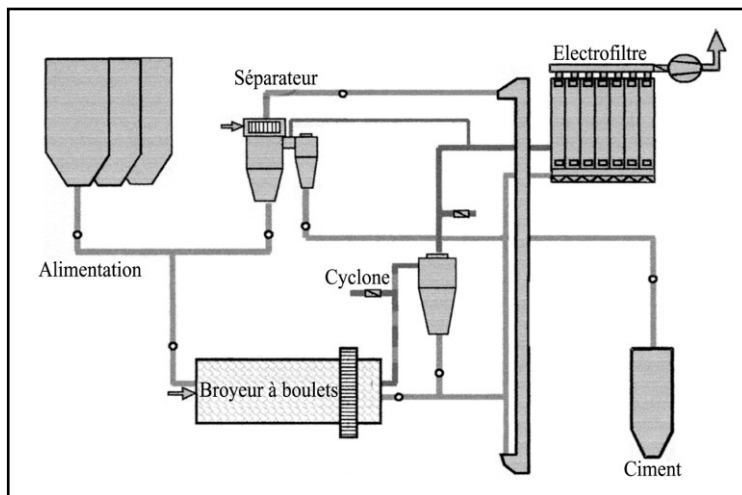
Minéraux purs	Formules	Abréviation	Minéral présent dans le clinker	% dans le clinker
Silicate tricalcique	3 CaO SiO <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> S	Alite	45-65
Silicate bicalcique	2 CaO SiO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> S	Belite	10-30
Aluminate tricalcique	3 CaO Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> A	Aluminate	5-15
Ferrite d'aluminium tetracalcique	4 CaO Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	C <sub>4</sub> AF	Alumino-Ferrite	5-15

**I.2 Broyage de clinker et production du ciment**

Le clinker est un semi-produit, impropre à la vente, il doit être transformé en ciment. Le ciment est obtenu par broyage des granulés de clinker, avec addition d'un faible pourcentage de gypse (4 – 5%) comme régulateur de prise et éventuellement 15 à 20 % d'un ou deux constituants secondaires. Les opérations dites de broyage du ciment ont pour but d'accroître la réactivité du clinker, par augmentation de sa surface spécifique et par création de défauts de cristaux en surface de grains. Ce traitement développe les propriétés hydrauliques du ciment et lui confère ses propriétés rhéologiques.

**I.2.1 Procédé de broyage du clinker**

Le broyage du clinker est généralement réalisé en circuit fermé (figure I.3). Le refus des particules grossières quittant le séparateur est recyclé en amont du circuit de broyage afin de subir à nouveau la fragmentation dans le broyeur à boulets. Afin d'éviter le sur broyage des particules, le broyeur est traversé par un courant d'air dont le rôle est d'emporter les fines particules au fur et à mesure de leur formation. L'air sortant du broyeur contient de fines particules de matière. Celles-ci ne sont entraînées que si la vitesse du flux d'air est suffisamment élevée; en pratique le débit d'air nécessaire est de l'ordre de 700 à 1500 Nm<sup>3</sup>/h par tonne de ciment.



**Figure I.3 : Circuit fermé de broyage du ciment**

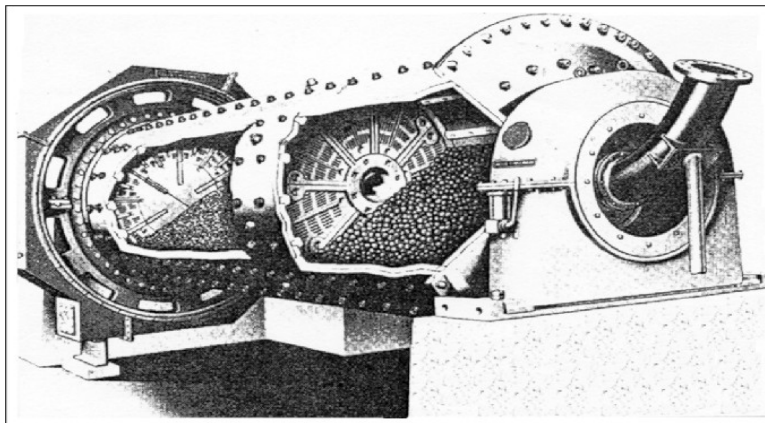


es broyeurs à clinker modernes sont conçus pour une vitesse de rotation de 70 à 80% de la vitesse critique, avec un volume de boulets de 30% du volume du broyeur [2].

Dans le premier compartiment, les tailles des boulets sont telles que leur porosité au repos soit minimale et leur granulométrie soit bien représentée par une loi de type Gaudin Schumann. Dans le compartiment de finissage, la granulométrie des boulets est définie par des méthodes basées sur l'indice de Papadakis, défini comme étant le coefficient d'aptitude à l'agglomération, qui représente la fraction de surface perdue à la suite de l'agglomération des particules, mesuré selon un protocole d'essais basé sur la variation de la surface spécifique en fonction de la durée de broyage [3].

Le broyage de grains de clinker, de dimensions données, dans un broyeur à boulets conduit à l'obtention de grains de dimensions inférieures par fragmentations successives, produites par l'effet des chocs et des frottements entre boulets et matière.

Le broyeur à boulets à clinker dans l'industrie de ciment comporte un compartiment de dégrossissage à l'entrée et un compartiment de finissage à la sortie, équipés de blindages releveurs et classants. Ces compartiments sont séparés par une cloison releveuse permettant le passage des particules broyées (figure I.4).



**Figure I.4 : Broyeur à deux compartiments boulets-boulets [3].**

### **I.2.2 Finesse du ciment**

La finesse du ciment lors du broyage du clinker est exprimée en termes de surface spécifique ( $\text{cm}^2/\text{g}$ ), mesurée par le test de Blaine, et parfois par la courbe granulométrique. La surface spécifique Blaine est la surface totale des grains contenus dans l'unité de masse de l'ensemble des particules. La surface spécifique Blaine d'un ciment portland ordinaire, d'une valeur

supérieure ou égale à  $3000 \text{ cm}^2/\text{g}$  [4] dans l'industrie du ciment, est une condition de première satisfaction pour la préparation du béton. Plus les particules du ciment seront fines, plus la surface mouillable sera grande et plus les performances du ciment seront élevées.

### **I.2.3 Les ajouts dans le ciment**

L'utilisation des ajouts actifs minéraux dans l'industrie cimentière présente plus d'avantages par rapport aux ajouts inertes. Les ajouts inertes sont moins connus dans la pratique de l'industrie cimentière, ils sont habituellement utilisés lorsque la cimenterie ne dispose pas de source de minéraux actifs. Ainsi, le calcaire est essentiellement utilisé comme ajout inerte à cause de sa disponibilité à proximité des installations cimentières.

Les tufs sont des ajouts actifs minéraux d'origine volcanique, de la famille des pouzzolanes, les cendres, les pierres ponce, les trass et les vitrophires. Le rôle des ajouts minéraux actifs consiste à fixer la "portlandité" ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) du ciment qui se dégage lors de l'hydratation du  $\text{C}_3\text{S}$ , pour former des composés difficilement solubles (stables) qui contribuent à la résistance du ciment. De plus, les ajouts actifs améliorent la compacité du mortier et du béton pour leur conférer une résistance accrue à l'agressivité des eaux douces et des sels [5]. Les constituants secondaires ayant une réactivité moindre que le clinker Portland, les ciments composés sont broyés plus finement que les ciments purs, de  $3500$  à  $5000 \text{ cm}^2/\text{g}$ . Les ciments avec ajouts actifs sont classés au tableau I.3 selon leur résistance à la compression après l'âge de 28 jours.

## **Chapitre II**

# **Consommation Energétique de broyage : Problématique**

## Introduction

Dans ce chapitre, nous rappelons brièvement la quantification de l'efficacité énergétique du procédé de broyage du clinker dans les broyeurs à boulets, ainsi que la problématique de sa surconsommation spécifique d'énergie dans le secteur national du ciment.

### II.1 Consommation spécifique d'énergie

L'industrie cimentière est fortement consommatrice en énergie calorifique et électrique. Les besoins mondiaux en énergie pour la fabrication du ciment sont estimés à environ 6540 Giga MJ/an pour les combustibles et 200 Giga kWh/an pour l'électricité [6]. Par ailleurs, l'énergie représente 30 à 40% du prix de revient du ciment (hors frais d'amortissement).

La consommation électrique est liée principalement au broyage des matières premières et du clinker. Il est à noter que les ventilateurs sont également de gros consommateurs d'énergie électrique. Par ailleurs, elle dépend aussi de la qualité de l'ingénierie mise en œuvre pour la conception de la ligne de production (nombre limitée de transporteurs, transport par convoyeurs plutôt que pneumatique, etc..).

L'analyse de la consommation d'énergie énergétique des différentes étapes du procédé, pour trois cimenteries du secteur des Emirats Arabes Unis [7], est résumée en tableau II.1. Il met en évidence la performance énergétique de certaines unités par rapport à d'autres. La consommation moyenne d'énergie électrique, rapportée à la tonne de clinker produite dans ce secteur est de l'ordre de 102,55 kWh/t.

**Tableau II.1 : Répartition de l'énergie électrique consommée**

Unité	Préparation- broyage matières premières (kWh/t)	Fonctionnement refroidisseur- four –ventilateurs (kWh/t)	Broyage clinker (kWh/t)
1	21,50	24,73	36,80
2	20,90	28,70	45,80
3	29,25	31	43

Le procédé de broyage du clinker présente une forte consommation spécifique d'énergie; son intensité énergétique moyenne pour ces unités est supérieure à celle de broyage des matières premières et du fonctionnement des installations annexes du procédé. Ceci vient de multiples raisons, telles que la qualité du clinker broyé et de la finesse du ciment recherchée. La dépense d'énergie va dépendra principalement de la dimension, la nature et la microfissuration des cristaux de clinker, qui dépendent du régime de refroidissement de ce produit dans le domaine des températures élevées à la sortie du four. Par ailleurs, elle dépend aussi de la qualité de l'ingénierie et la conception du procédé mise en œuvre pour le broyage de ce matériau[6].

## II.2 Analyse du secteur cimentier algérien

### II.2.1 Consommation énergétique

Les consommations moyennes d'énergie électrique des cimenteries par voie sèche sont représentées en figure I.8; sur lesquelles l'âge des cimenteries est indiqué [8]. Les intensités énergétiques sont très variables d'une unité à l'autre. Les consommations spécifiques varient entre 110 et 160 kWh/tonne de ciment pour la consommation d'électricité. Elles sont dispersées autour d'une moyennes nationale de 130 kWh/tonne de ciment. Cette moyenne accuse un excès de consommation énergétique de 45 kWh/tonne ciment par rapport à une unité asiatique.

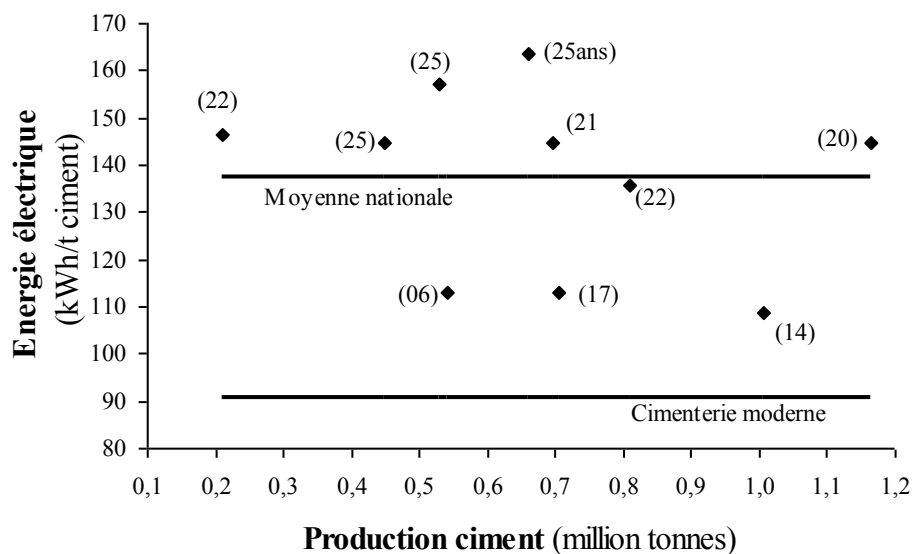


Figure II.1: Répartition de la consommation spécifique d'énergie [8]

Ceci dénote l'absence de pratiques d'amélioration de l'efficacité énergétique dans les procédés de cuisson du clinker et de broyage des différents matériaux. Tout comme, à travers ces résultats, il apparaît que les consommations spécifiques sont indépendantes de l'âge des cimenteries : pour une même année de mise en service, des réductions importantes de consommation d'énergie ont été obtenues par quelques unités contrairement à d'autres. Les différences d'intensité énergétique entre les unités peuvent être expliquées par différents facteurs techniques, entre autres:

- **Type et performance des équipements:** les différents types rencontrés présentent des différences de performance énergétique qui peuvent être très importantes.
- **Entretien et taux de disponibilité des équipement :** tout arrêt / redémarrage à la suite d'un incident entraîne une surconsommation énergétique (remise en régime après purge de la matière des installations).
- **Systèmes de dépoussiérage non performants :** une partie de la production est perdue dans l'atmosphère, qu'il s'agisse du clinker ou du ciment.
- **Composition chimique du clinker:** un faible taux de silicate tricalcique dans le clinker donne une mauvaise aptitude au broyage ciment, ce qui nécessite de le broyer plus finement et donc une dépense supplémentaire d'énergie.
- **Nature des matières premières:** les caractéristiques des matières premières (morphologie etc..) ont une influence sur leur aptitude à la cuisson, ainsi qu'à leur broyabilité.

### **II.3 Impact sur l'environnement**

Les émissions de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>), oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>) et de soufre (SO<sub>2</sub>), générées lors de la combustion des combustibles contribuent notablement au réchauffement de l'atmosphère.

La production d'électricité étant souvent réalisée par les centrales thermiques brûlant des combustibles minéraux (charbon), ou fossiles (fuel, gaz), toute économie dans la consommation d'électricité permet de réduire la facture énergétique, mais aussi les émissions de gaz à effet de serre liées à la production d'électricité.

## II.4 Analyse bibliographique

### II.4.1 Test de Bond et efficacité Energétique de broyage

#### 1.1 Test de Bond

Les performances d'une installation de broyage dépendent, entre autres, des caractéristiques physiques et mécaniques du produit broyé, et plus particulièrement, de la combinaison de deux phénomènes : l'aptitude à la fragmentation ou broyabilité du produit et la capacité de réagglomération des particules broyées. La broyabilité du clinker est classiquement évaluée par le test de Bond.

La méthode standard utilisée dans le dimensionnement des broyeurs à boulets est celle de Bond [3]. Ce test permet de déterminer le Work-Index ( $W_i$ ) d'un matériau donné, appelé aussi indice énergétique.  $W_i$  est déterminé par des essais expérimentaux en laboratoire sur un protocole d'essais d'un broyeur à boulets défini par Bond [3]. Cet indice calculé par l'équation suivante, exprime la valeur de l'énergie nécessaire en kWh pour réduire une tonne du matériau étudié de la dimension  $X_1$ , proche de 2mm à la dimension  $X_2$ .

$$W_i = \frac{48,95}{P_1^{0,23} G_{bp}^{0,82} \left[ \frac{10}{\sqrt{x_1}} - \frac{10}{\sqrt{x_2}} \right]} \quad (\text{II.1})$$

$P_1$  est la dimension de l'ouverture du classificateur utilisé dans le test ;  $x_1$  et  $x_2$  sont les dimensions en ( $\mu\text{m}$ ) des grains avant et après broyage, choisies comme correspondant à la dimension  $d_{80}$  de la maille carrée du tamis laissant passer en masse 80% du matériau ;  $G_{pb}$  est la masse nette du produit passant par révolution du broyeur.

Bond corrèle ses résultats avec ceux d'un broyeur industriel, d'un diamètre interne de 2,44m, fonctionnant en circuit fermé à voie humide avec un taux de recyclage de 2,5. Ces tests montrent que l'énergie spécifique de broyage est empiriquement liée à l'alimentation et au produit par :

$$E = W_i \left[ \frac{10}{\sqrt{x_1}} - \frac{10}{\sqrt{x_2}} \right] \quad (\text{II.2})$$

où 10 : la racine carrée de la dimension 100 $\mu\text{m}$  et  $E$  : l'énergie spécifique de broyage

La capacité désirée du broyeur  $Q$  est liée à l'énergie spécifique  $E$  par l'équation :

$$P = Q E \quad (\text{II.3})$$

## 1.2 Efficacité énergétique

Le mécanisme de transfert de l'énergie est un phénomène important dans l'opération unitaire du procédé de broyage. Cette opération est nettement différente des autres opérations de génie chimique, car elle se caractérise par une faible efficacité de transfert d'énergie.

L'efficacité énergétique totale du broyage peut être décomposée en cinq efficacités différentes, comme le montre la figure (II.2) [9].

$$\eta_t = \eta_1 \cdot \eta_2 \cdot \eta_3 \cdot \eta_4 \cdot \eta_5 \quad (\text{II.4})$$

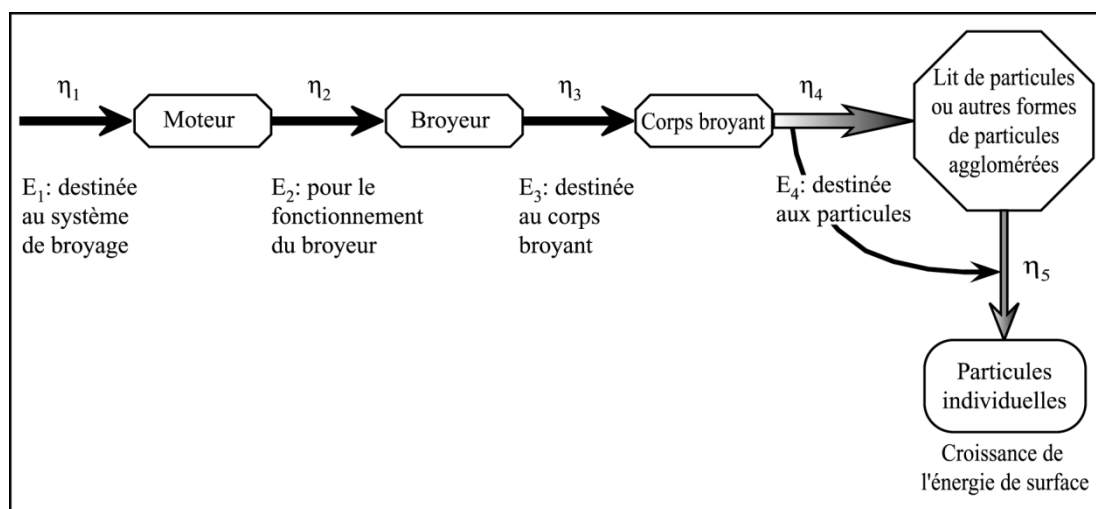


Figure II.2 : Modèle de transfert d'énergie dans le procédé de broyage [9]

$\eta_t$  ne peut être mesurée expérimentalement, compte tenu du fait qu'il est impossible de mesurer l'énergie absorbée pour chaque particule correspondant à l'augmentation de sa surface spécifique.

La complexité des échanges énergétiques pendant le broyage a été soulevé par [10]. Il montre que la majeure partie de l'énergie utilisée, soit 95% ou plus, ne sert pas à la création de nouvelles surfaces. Cette faible efficacité énergétique  $\eta_t$  peut être évaluée, à partir du bilan total de conservation d'énergie sur le broyeur et par le calcul théorique de l'accroissement de l'énergie de surface.

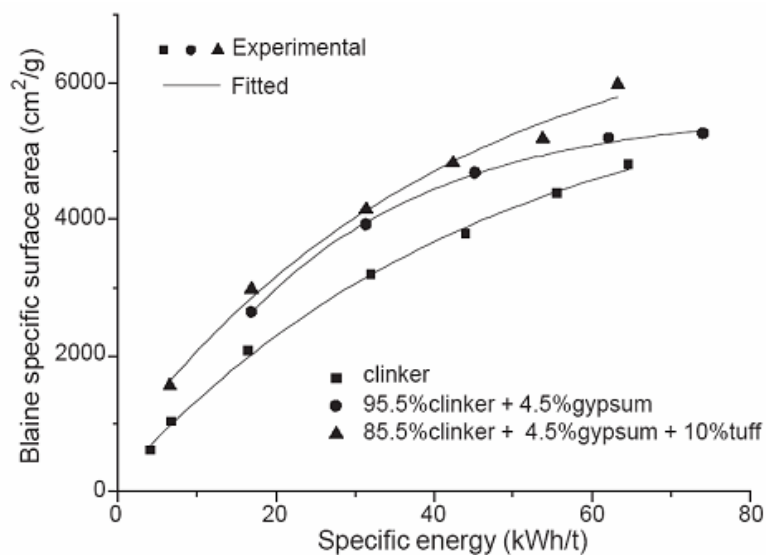
La mesure du bilan énergétique effectuée par Fahrenwald (cité par Prasher, [11]) sur un broyeur à boulets de laboratoire, pour le broyage de la silice, a révélé que la fraction la plus importante d'énergie est dégradée en chaleur.



## II.4.2 Travaux antérieurs relatifs à l'énergie de broyage du clinker

Proche de la réalité industrielle, Sohoni et al [12] ont considéré le broyage d'un lot de clinker hétérogène, composé de différentes tailles dans un broyeur à boulets à deux compartiments. La charge de ces boulets est composée des diamètres 50 mm, 40 mm et 30 mm. L'évolution de la surface spécifique Blaine en fonction du temps, montre que le broyage du clinker, avec l'addition de 4,3% de gypse, est très favorable par rapport au broyage du clinker seul. En effet, après 6 heures de broyage, l'addition du gypse fait augmenter la surface spécifique Blaine de 22% par rapport au clinker seul, pour atteindre la valeur de  $594 \text{ m}^2 / \text{kg}$ .

En figure II.3, D. Touil et al. [13] montrent que, outre le gypse, l'addition d'une fraction de 10% de tuf au mélange fait diminuer la dépense spécifique d'énergie. Cet effet est remarquablement observé pour une finesse située dans le domaine  $4000\text{-}6000 \text{ cm}^2/\text{g}$ . Pour une finesse de  $4500 \text{ cm}^2/\text{g}$  par exemple, l'effet additionnel du tuf diminue la dépense spécifique d'énergie de  $10 \text{ kWh/t}$  ; ce qui permet de conclure que cet ajout est un agent très effectif pour le broyage du clinker.



**Figure II.3. Variation de la surface spécifique Blaine du clinker pour différents ajouts en fonction de la dépense d'énergie [13]**

## **Chapitre III**

### **Matériel et Méthodologie expérimentale**

## Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation du matériel utilisé et à la description de la méthodologie expérimentale suivie pour la caractérisation des matières premières et la détermination de la finesse Blaine du produit en fonction du temps. Les matières premières utilisées sont le clinker et le tuf de l'unité de Meftah

### III.1 Caractérisation des matières premières

#### III.1.1 Tamisage

Les matériaux sont séchés respectivement à 55 °C. Par la suite, deux lots de particules inférieures à 2,8mm sont isolés par tamisage en quantité suffisante. Tout en évitant l'abrasion du produit, le tamisage est effectué durant 15 mn sur une colonne de tamis de diamètre 20 cm (figure III.1). Pour caractériser ces matériaux, Le tableau III.1 donne leur indice énergétique de Bond et leur densité.

**Tableau III.1 : Densité et indice énergétique de Bond**

Matériau	Indice de Bond, $W_i$ (kWh/t)	Densité
Clinker	13,49	3,15
Tuf	11,65	2,65



**Figure III.1 Tamiseuse**

### III.1.2 Analyse Chimique

Les résultats d'analyse des matériaux sont données au tableau III.2. La quantité de chaque matière première passant le tamis d'ouverture 100  $\mu\text{m}$ , est prise comme échantillon pour l'analyse chimique. Les analyses effectuées sont :

- la perte au feu (PAF)
- le dosage de la silice ( $\text{SiO}_2$ ).
- le dosage des différents oxydes ( $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  et  $\text{MgO}$ )

- **la perte au feu (PAF) :**

La perte au feu est constituée de  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$  et les matières volatiles contenues dans la matière. On pèse 1 g de l'échantillon à analyser qu'on met dans un creuset en nickel, pesé préalablement, on porte le tout dans un four à moufle à 1000  $^\circ\text{C}$  (figure III.) pendant 20 minutes. La perte du poids jusqu'à 1000  $^\circ\text{C}$ , représente la perte au feu de l'échantillon.



**Figure III.2. Four a moufle ( $T_{\text{max}} = 1250\text{ }^\circ\text{C}$ )**

- **Dosage de la silice ( $\text{SiO}_2$ )**

On prend 1 g de la matière première, on le met dans un creuset en platine, on lui ajoute 4 à 5 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  qui est une poudre fondante, on mélange les deux matières et on les couvre par un excès de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  et on met le tout dans un four à moufle à 1000  $^\circ\text{C}$  pendant 20 mn. Le  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  permet de faire fondre la matière première d'où le nom de la méthode de « fusion alcaline » et aussi, il évite le collage de la matière première portée à l'état liquide très visqueux avec le creuset en platine. On trempe le creuset en platine dans une capsule pleine d'eau distillée pour permettre la

cristallisation de la matière première avec le  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . On ajoute au creuset 5 ml de l'acide perchlorique ( $\text{HClO}_4$ ) et 5 ml de  $\text{HCl}$  pur pour éviter le collage de la matière avec le creuset. Ensuite, on met le creuset dans une deuxième capsule vide, on le couvre par un verre de monte et on l'introduit dans une hotte. Après un certain instant, on verse le contenu du creuset dans une autre capsule vide et on le rince avec l'eau distillée chaude. On chauffe la capsule sur un bain de sable jusqu'à évaporation de la solution composée de  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{HCl}$  et  $\text{HClO}_4$ , et les cristaux blancs constituant la silice. Après refroidissement de la capsule, on attaque les cristaux de la silice par l'acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  0,1 N et on porte à ébullition. Après filtration du contenu au moyen d'un filtre noir, le filtrat sera versé dans une fiole jaugée de 500 ml, par contre la silice solide est récupérée par le filtre. La calcination du filtre et de son contenu pendant 20 minutes dans un four à moufle porté à  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ , permet de déduire la teneur de la silice dans la matière première[14].

- **Dosage des oxydes  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  et  $\text{MgO}$**

L'analyse de ces quatre oxydes se fait par dosage complexométrique, dont le principe est basé sur la propriété qu'ont certains composés à former avec les métaux bi et trivalents des complexes solubles stables. Pour les dosages nous utilisons le complexon III, car d'une part il est très soluble et d'autre part se prête bien à de nombreux dosages. Chimiquement il s'agit du dihydrate de sel disodique de l'acide éthylène diamine tetracétique (EDTA).

On ajuste avec de l'eau distillée, le volume de la fiole de 500 ml contenant le filtrat et on prélève 100 ml de la solution pour le dosage complexométrique de chaque oxyde.

-*la chaux ( $\text{CaO}$ )* : On verse 100 ml prélevé dans un bécher auquel on ajoute 200 ml d'eau distillée et on agite continuellement. On ajoute 30 ml de  $\text{NaOH}$  pour régler le pH et 10 à 15 ml de triéthanol-amline (TEA) pour masquer l'alumine. On verse ensuite quelques gouttes de Calcan comme indicateur coloré jusqu'à l'obtention d'une teinte rouge violacée. Après, on titre avec l'EDTA jusqu'au virage jaune.

-  *$\text{MgO}$*  : On verse 100 ml prélevé dans un bécher auquel on ajoute 200 ml d'eau distillée on agite continuellement sur un agitateur magnétique. On verse goutte à goutte le  $\text{NH}_4\text{OH}$  pur (environ 10 ml) jusqu'au virage jaune et on ajoute 30 ml de TEA et quelques gouttes de l'indicateur de  $\text{MgO}$ , ce qui va nous donner une couleur violette. Enfin, on titre par l'EDTA jusqu'au virage à l'incolore.

- $Fe_2O_3$  : On verse 100 ml prélevé dans un bécher auquel on ajoute 100 ml d'eau distillée et on chauffe légèrement la solution avec une agitation continue. On ajoute 2 à 3 gouttes de bleu de bromophénol qui est l'indicateur de fer, ce qui va nous donner une coloration jaune. Ensuite on ajoute goutte à goutte du  $NH_4OH$  à 50 % jusqu'au virage bleu, puis 20 à 30 ml de l'acide chlorhydrique à 0,1 N et 15 ml d'une solution tampon pour amener le pH à 1,5. On ajoute quelques gouttes de l'acide salicilique pour avoir une coloration violette et on titre par l'EDTA jusqu'au virage au jaune.

- $Al_2O_3$  : On chauffe la solution avec laquelle on a déjà titré le  $Fe_2O_3$  et on lui ajoute quelques gouttes de l'acétate d'ammonium  $CH_3COONH_3$ , jusqu'à l'obtention d'une coloration marron. On ajoute 5 ml de d'acide acétique et quelques gouttes de complexonate de cuivre plus 8 à 10 gouttes de PAN (2-pyridil-azo-2naphtol) ce qui va nous donner une coloration rouge. On porte le mélange à ébullition et enfin on titre par l'EDTA jusqu'au virage jaune.

**Tableau III.2 Analyse chimique du clinker et tuf[15]**

Analyse oxyde et autres	Clinker	Tuf
CaO libre (%)	0.7	-
SiO <sub>2</sub>	2.96	51.62
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.26	13.60
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.64	3.46
CaO	66.84	21.50
MgO	0.84	2.67
PAF	-	5.20

## III.2. Analyse du broyage du clinker

### III.2.1 Dispositif expérimental

Le dispositif, représenté sur la figure III.3, permet d'effectuer un broyage en mode discontinu. Le broyeur est une cuve cylindrique en céramique, de diamètre interne 17,15 cm et longueur 21cm. Elle est mise en rotation à une vitesse de rotation de 70 révolutions/min à l'aide d'une unité d'entraînement comprenant un moteur

asynchrone triphasé. La fragmentation du matériau introduit dans le cylindre se produit sous l'effet des chocs et des frottements entre boulets et matière.

L'analyse de l'influence des conditions opératoires propres au broyeur sur l'efficacité du procédé de broyage a fait l'objet de nombreuses études comme l'illustre l'ouvrage de Prasher [11]. On sait par exemple que la fraction de volume du broyeur occupé par les boulets est généralement comprise entre 0.2 et 0.4 et que la fraction de volume occupé par la matière est au plus égale au volume libre entre les boulets. Les boulets utilisés sont en céramique de diamètre 25 mm (70 boulets). En considérant une porosité de 0.4 pour les lits de boulets et du clinker, les taux de charge des boulets et de la matière choisis sont 20 et 80%.



**Figure III.3. Le Broyeur à boulets**

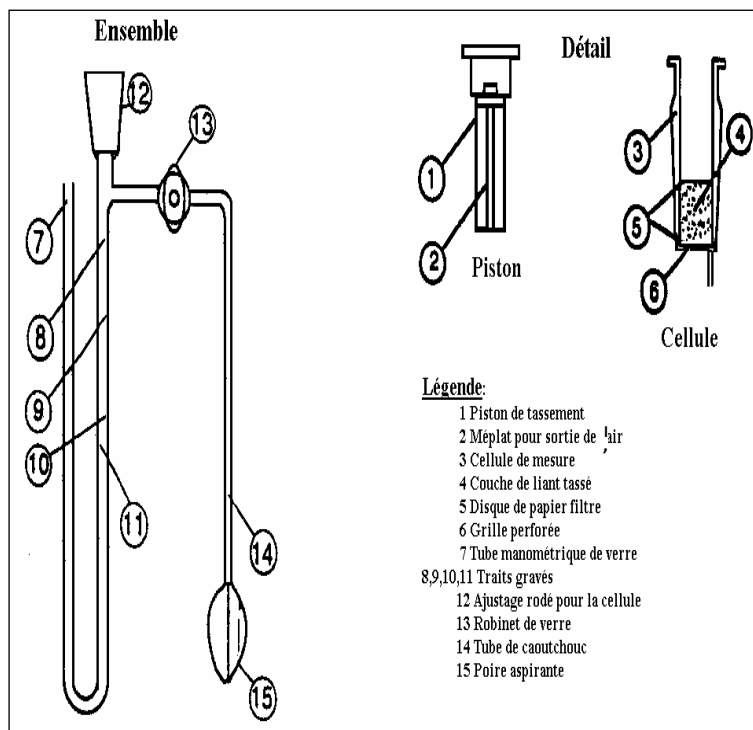
### **III.2.2 Mesure de la surface spécifique externe**

L'état de division d'un produit peut aussi être quantifié par la valeur de sa surface spécifique, c'est-à-dire par la valeur de la surface totale des grains contenus dans l'unité de masse de l'ensemble.

Le perméabilimètre de Blaine utilisé est un appareil de norme ASTM C204 - AFNOR NF P15442 (figure III.3) d'un maintien simple et rapide, très répandu dans l'industrie

cimentière, permet d'accéder à cette grandeur. Le principe de mesure de la surface spécifique Blaine repose sur le fait que le temps, nécessaire pour faire traverser une couche de poudre par un volume d'air donné, est fonction de la surface totale des particules composant cette poudre.

Le perméabilimètre de Blaine mesure la perméabilité à l'air d'une couche de poudre, tassée selon une procédure définie; l'air étant à la pression atmosphérique et à température connue. La détermination de la constante du perméabilimètre, nous a conduit à effectuer des essais préliminaires sur un échantillon de ciment étalon, de surface spécifique 3200 cm<sup>2</sup>/g.



**Figure III.4 : Schéma du Perméabilimètre de Blaine**

### III.2.3 Protocole expérimental

En fixant les conditions opératoires précédemment définies, la cuve de broyage en position verticale est remplie par la charge correspondante de boulets. La masse nécessaire de clinker, pré-tamisée, chauffée à la température désirée (20, 50, 100, 150 et 200°C) est alors introduite dans le broyeur. Compte tenu de la diversité des expériences, la charge de matière introduite dans le broyeur est soit du clinker, soit



un mélange clinker et tuf (75% clinker et 25% tuf). La cuve de broyage étant fermée et renversée, elle est mise en rotation à une vitesse donnée. La cuve est ensuite fermée et mise en position horizontale pour être mise en rotation.

A intervalles de temps réguliers, le broyeur est arrêté pour permettre le prélèvement d'échantillons. Pour une bonne représentativité, l'échantillon est prélevé de différentes zones de la cuve. Ainsi, la surface spécifique Blaine est mesurée.

# **Chapitre IV**

## **Résultats et discussions**

## Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les principaux résultats obtenus et leur interprétation. Dans une première partie, la cinétique de broyage du clinker seul et en mélange avec le tuf est analysée. Ensuite, l'effet de la température sur le procédé est mis en évidence.

### IV.1 Cinétique de broyage du clinker

L'évolution de la finesse Blaine en fonction du temps pour le clinker à  $T=20^{\circ}\text{C}$ , est représentée en figure IV.1 suivante. La surface spécifique augmente rapidement au début de broyage (jusqu'à 150min) pour atteindre une finesse de l'ordre de  $2080\text{cm}^2/\text{g}$ . Ensuite, au fur et à mesure que le processus de broyage continue, l'intensité énergétique augmente et la production de surfaces diminue. Cette diminution peut être alors interprétée par l'accumulation de fines particules, pouvant conduire à des forces de Van Der Waals très importantes et engendrer ainsi un effet d'amortissement des chocs en entourant les grosses particules et favoriser ainsi le colmatage des boulets. D'où une forte résistance à l'augmentation de la surface spécifique dans les derniers instants de broyage; en conséquence l'apport énergétique sera principalement dissipé en chaleur[16].

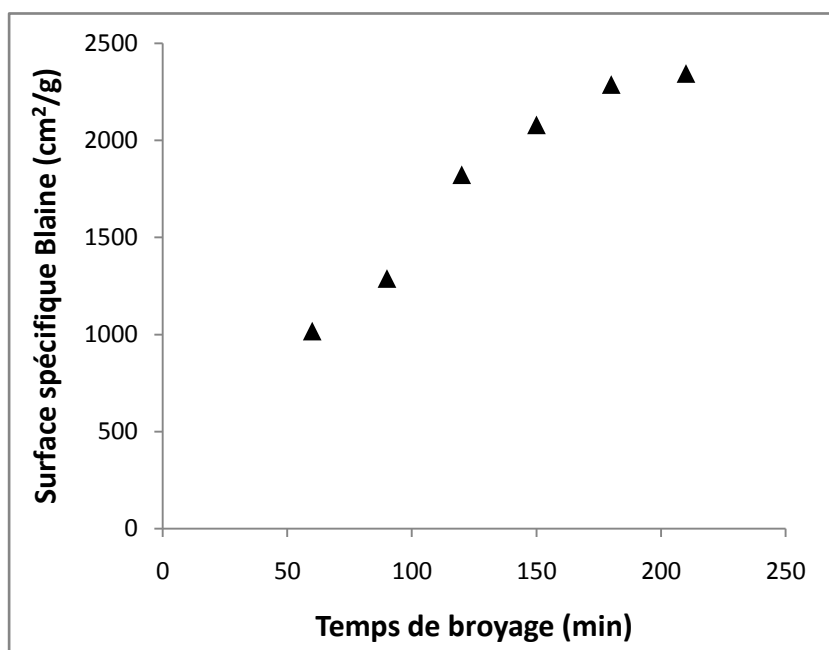
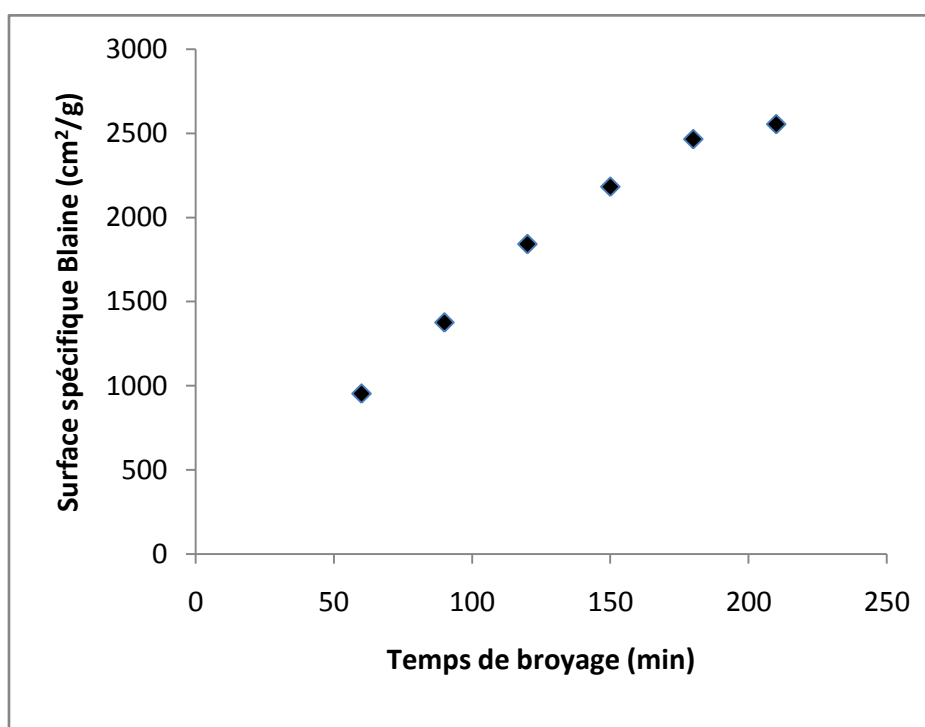


Fig IV.1 : Evolution de la finesse Blaine de clinker en fonction du temps à  $T_{ck}=20^{\circ}\text{C}$

## IV.2 Cinétique de broyage du mélange (clinker + tuf)

L'évolution de la finesse Blaine du mélange (clinker-tuf) en fonction de la durée de broyage, pour un taux d'ajout de 25% tuf est représentée en figure IV.2. Cette représentation montre clairement que le co-broyage du clinker avec cet ajout minéral participe à l'amélioration du processus de broyage et par conséquent au rendement énergétique de fragmentation. En effet, après 1h de broyage la surface spécifique de ce mélange est de 1000 cm<sup>2</sup>/g. Ensuite, après 3h cette surface passe jusqu'à 2467 cm<sup>2</sup>/g. Notons que pour le clinker seul cette finesse est de l'ordre de 2280 cm<sup>2</sup>/g. Etant donnée, la grande dureté du clinker devant celles du tuf, ceci peut être expliqué que les particules de ces matériau pouzzolanique est broyé non seulement par les forces d'impact des boulets, mais aussi par son interaction avec celle du clinker. Ce qui conduit à une importante quantité des fines du mélange co-broyé.



**Fig IV.2 : Evolution de la finesse Blaine du mélange clinker +tuf en fonction du temps (T<sub>tuf</sub>=20°C)**

### IV.3 Influence de la température sur la cinétique de broyage

#### IV.3.1 Effet de la température du clinker sur la finesse Blaine du clinker

La figure IV.3 représente l'évolution de la surface spécifique Blaine du clinker en fonction du temps, pour différentes températures réelles de ce matériau après sa cuisson industrielle. Il peut atteindre ainsi une température de l'ordre de 70 jusqu'à 250°C, suivant les performances du refroidisseur.

Cette représentation montre clairement que la diminution de la température du clinker à l'entrée du broyeur entraîne une augmentation de la finesse Blaine. Cet effet est très prononcé au delà d'une finesse Blaine de 1500cm<sup>2</sup>/g. Le refroidissement du clinker est donc favorable au broyage de ce matériau. Ceci peut être expliqué que l'augmentation de la température de ce matériau accélère le colmatage des boulets, généré par la production des fines particules produites. Il est d'intérêt donc de refroidir au mieux ce matériau après sa cuisson.

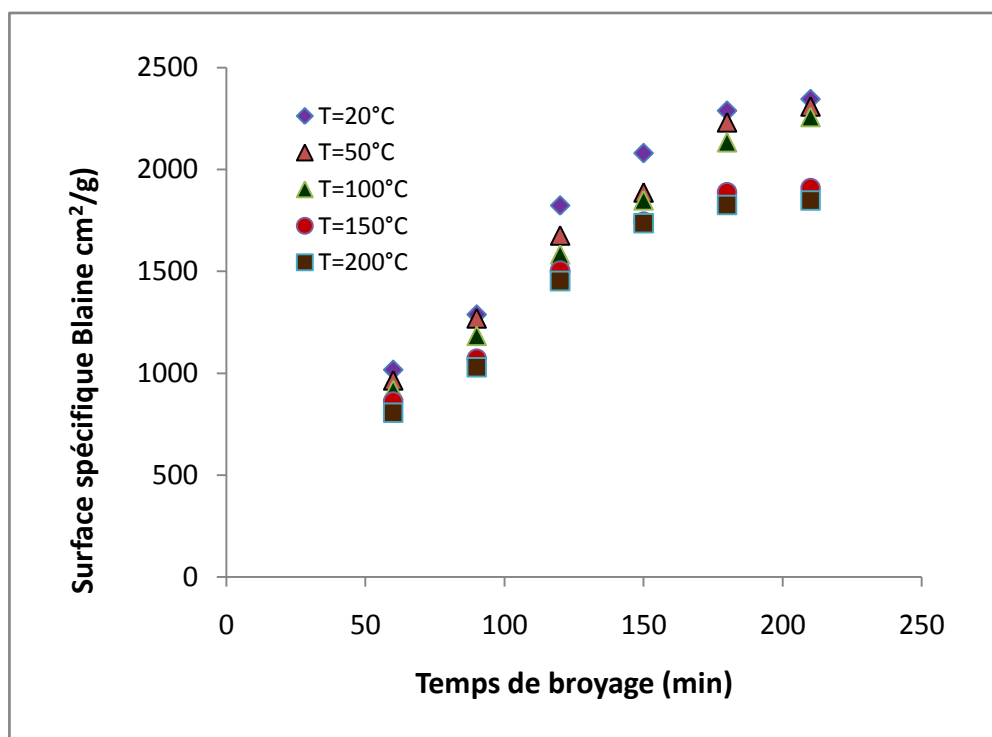


Fig IV.3 : Influence de la température du clinker sur la finesse Blaine

### IV.3.2 Effet de la température du tuf sur la finesse Blaine du mélange

La figure IV.4 représente l'évolution de la surface spécifique Blaine du mélange clinker-tuf, en fonction du temps, pour différentes températures du tuf. La température du clinker est maintenue constante à 20°C. Le tuf peut atteindre industriellement ces températures au préalable par un séchage suivi d'un préchauffage.

Contrairement au clinker, cette représentation montre que la l'augmentation de la température du tuf entraîne une augmentation de la finesse Blaine. Le préchauffage de ce matériau volcanique est très favorable au broyage de ce mélange. En effet l'élimination progressive de l'humidité contenue dans ce matériau entraîne une importante réduction du bourrage et du colmatage des corps broyants qui freinent le processus de fragmentation. De plus, l'aptitude des particules du tuf préchauffées, aux forces d'impact des boulets et à l'interaction avec les particules du clinker est meilleure.

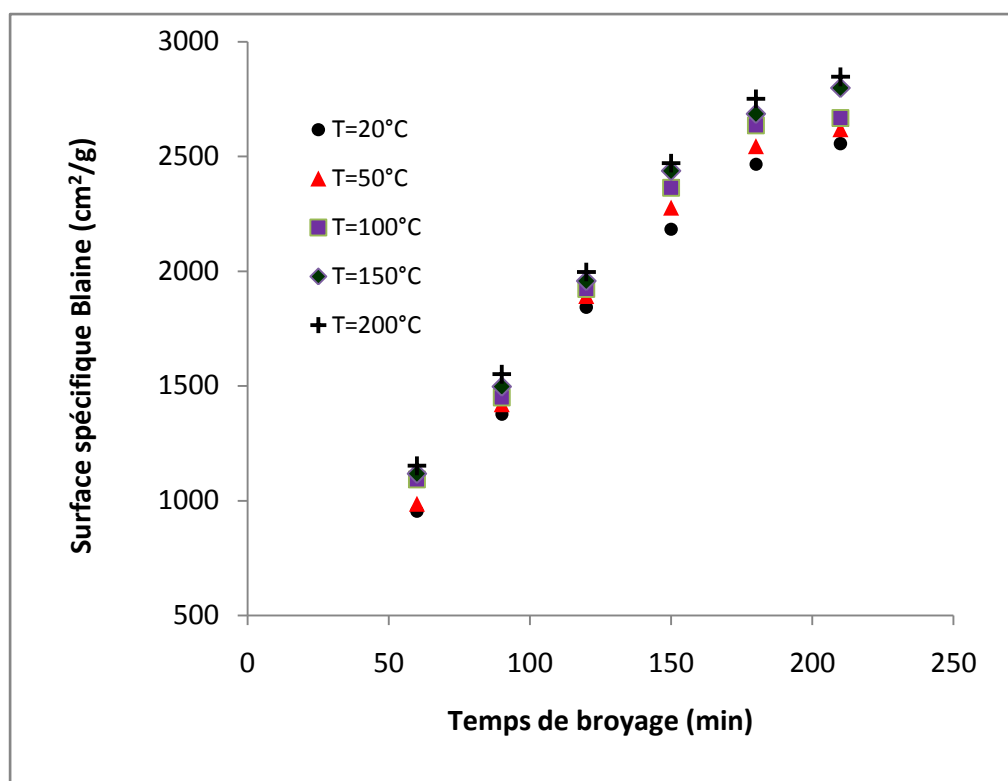
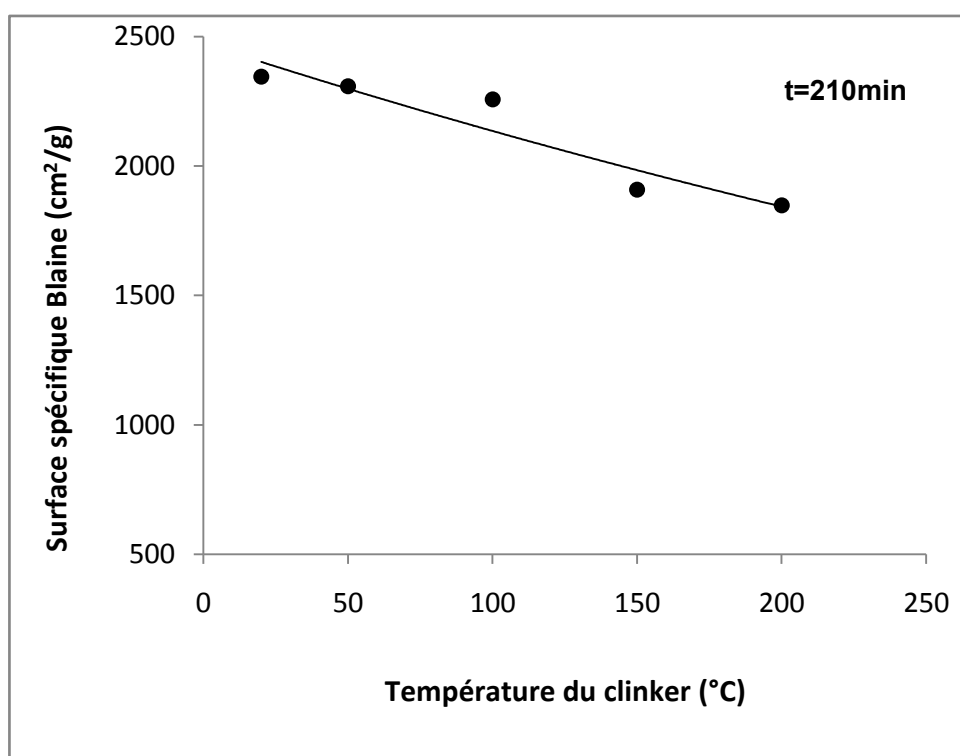


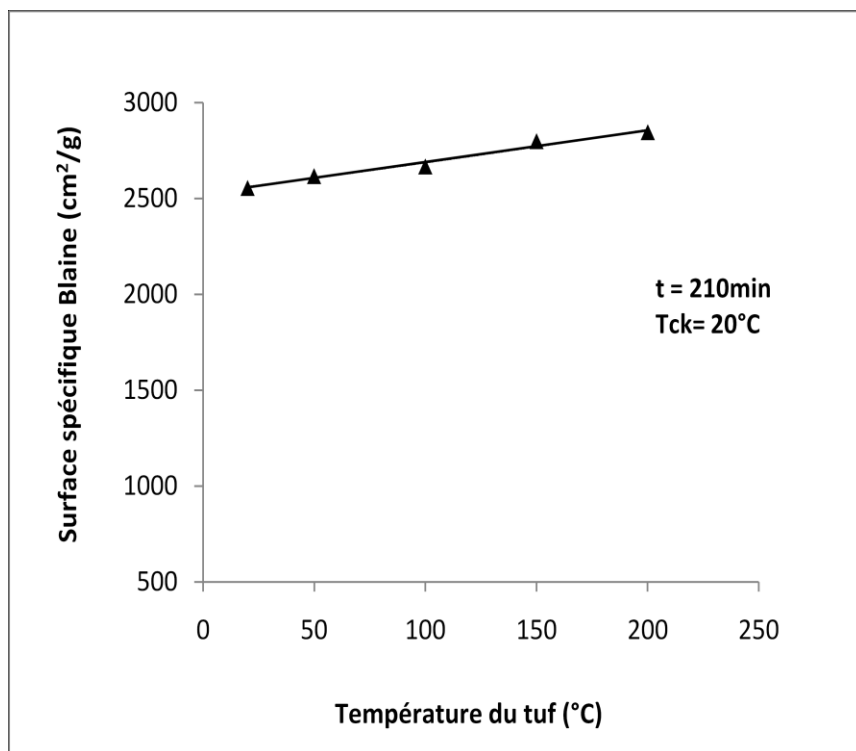
Fig IV.4 : Influence de la température du tuf sur la finesse Blaine du mélange

### IV.3.3. Potentiel de production de finesse Blaine

La figure IV.5 et IV.6 met en évidence la production de surfaces Blaine en fonction de la température pour une durée de broyage de 3h. La surface spécifique diminue (IV.5) et augmente (IV.6) linéairement en fonction de l'augmentation de la température du clinker et du tuf. Pour une variation de température de 180°C, le processus de broyage produit 497 et 291 cm<sup>2</sup>/g de surfaces Blaine respectivement. Ceci montre qu'en dépit de l'effet favorable de la température du tuf, la température du clinker est potentiellement meilleure.



**Fig IV.5 : Influence de la température du clinker sur la finesse Blaine produite pour 3h de broyage**



**Fig IV.6 : Influence de la température du tuf sur la finesse Blaine produite pour 3h de broyage**



## **Introduction générale**

Le broyage du clinker dans les broyeurs boulets et incontestablement le type de procédé le plus répandu dans l'industrie du ciment, l'incidence économique de ce type de procédé est lourde, à cause des frais d'entretien, de l'énergie électrique et de la charge des boulets consommés; cette étape de broyage consomme 40% de l'énergie nécessaire à la fabrication du ciment, ce qui justifie qu'on cherche à accroître son efficacité de plus, l'énergie électrique consommée par les broyeurs à boulets étant souvent réalisée par des centrales thermiques brûlant des combustibles pétroliers (fuel-oil, gaz).

Toute économie d'énergie permet de réduire non seulement la facture énergétique, mais aussi les émissions de gaz à effet de serre ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{SO}_2$ , etc. ...).

Un grand nombre de travaux ont été publiés dans le but d'optimiser l'efficacité énergétique du procédé de broyage du clinker à ciment. La consommation spécifique d'énergie pour atteindre la finesse Blaine désirée est fortement dépendante des conditions opératoires et de l'environnement du clinker. Les paramètres opératoires optimaux correspondant à l'efficacité énergétique maximale ont été déterminés. L'incorporation des ajouts, tels que le gypse et le tuf dans la charge du clinker peut réduire considérablement la dépense spécifique d'énergie.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de la température du clinker et du tuf sur le procédé de broyage du clinker.

Dans le premier chapitre, nous présentons certaines notions fondamentales du processus de broyage du clinker dans un broyeur à boulets. Dans le deuxième chapitre nous présentons la problématique de la surconsommation spécifique d'énergie de ce procédé.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation du matériel utilisé et à la description de la méthodologie expérimentale suivie. Enfin, dans le quatrième chapitre nous présentons les résultats expérimentaux et leur interprétation.

## Bibilographie

- [1] **Seidel G., Huckauf H., Jochen S.**, Technologie des ciments, chaux, plâtre : Processus et installations de cuisson, Septima, Paris (1980)
- [2] **Pliskin L** ; La fabrication du ciment, ciments français, Eyrolles, Paris(1993).
- [3] **Delubac G** (Coordonnateur), Aspects théoriques du broyage, Mines et carrières les Techniques, III-IV, (1996) 15-33.
- [4] **Papadakis M et Venuat M.**, Industrie de la chaux du ciment et du plâtre, Dunod, Paris (1970)
- [5] **Morsli, Y**, Influence des ajouts minéraux actifs sur les propriétés des CP J, Mémoire de fin d'études, Institut des matériaux de construction, Boumerdes (1998)
- [6] **Pillard J-P.**, Le diagnostic énergétique d'une cimenterie, Fiche technique Prisme n° 1, Institut de l'énergie et de l'environnement de la francophonie-IEPF (2003) 1-8.
- [7] **Hamed O A et Abdallah W E** , Energy analysis and conservation prospects in the UAE cement industry International journal of Energy Research , 16 (1992) 75-83.
- [8] **Touil D., Chikhi S., Boughedaoui M.**, Evaluation de la surconsommation énergétique dans les cimenteries algériennes : Impact sur l'environnement, 2<sup>ème</sup> Symposium du comité algérien de l'énergie, Economie d'énergie et environnement, Alger, 15 – 16 Novembre (2000)
- [9] **Jimbo G**, Chemical engineering analysis of fine grinding phenomenon and process, journal of chemical Engineering of Japan, 25, ( 1992) 117-127.
- [10] **Rumpf H.**, Physical aspects of comminution and new formulation of a law of comminution, Powder Technology, 7, (1973) 145 – 159.
- [11] **Prasher C.L**, Crushing and Grinding, Hand Book, Wiley & Sons, New York, (1987).
- [12] **Sohoni S., Sridhar R., Mandal G.**, The effect of grinding aids on the fine grinding of limestone, quartz and Portland cement, Powder Technology, 67, 277-286, (1991)
- [13] **Touil D., Belaadi S., Frances C**, Energy efficiency of clinker grinding in dry batch ball mill, Cement and Concrete Research, vol 36, 3 (2006) 416 – 421.
- [14] **A OUAZENE.**, Analyse de broyage du mélange des matières premières à ciment de l'unité de chlef.

Projet de fin d'études, departement de chimie industrielle universite de Blida ,2007.

[15] **H .F.W Taylor**, the chemistry of cements,A cademic press, London,1983

[16] **Touil, D.** Modélisation des dégradations d'énergie dans l'industrie de ciment, Approche industrielle et de laboratoire, these de doctorat d'état, USTHB 2006.

# **Annexe**

## **Broyage du clinker**

**T= 20 C°**

	60min	90min	120min	150min	180min	210min
T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	1017	1288	1823	2080	2288	2345

**T=50C°**

T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	965	1269	1676	1887	2231	2309

**T=100C°**

T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	918	1184	1583	1849	2134	2258

**T= 150C°**

T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	861	1071	1503	1744	1884	1909

**T= 200C°**

T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	807	1030	1453	1737	1826	1848

## **Broyage du mélange (clinker+ tuf)**

**T=20C°**

T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	954	1377	1843	2184	2467	2556

**T=50C°**

T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	987	1421	1892	2277	2545	2618

**T= 100C°**

T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	1093	1449	1923	2363	2635	2667

**T=150 C°**

T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	1117	1497	1958	2437	2686	2799

**T= 200C°**

T(h)	1 :00	1 :30	2 :00	2 :30	3 :00	3 :30
SSB (m <sup>2</sup> /g)	1152	1551	1997	2471	2754	2847