

UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA

Faculté des sciences de l'ingénieur
Département de Chimie Industrielle

MÉMOIRE DE MAGISTER

En Chimie Industrielle

Spécialité : génie chimique

EXPÉRIEMENTATION ET MODÉLISATION DE LA CINÉTIQUE DE BROYAGE D'UN MÉLANGE DE MATÉRIAUX : APPLICATION AUX MATIÈRES PREMIÈRES À CIMENT

Présentée par

SERIR Ratiba (ép. Gacemi)

Devant le Jury composé de :

N. Bouchenafa	Maître de conférences A, USD Blida	Présidente
S. BELAADI	Professeur USTHB	Examineur
D.Ghernaout	Maître de conférences B, USD Blida	Examineur
M.Ghanem	Directeur commercial de cimenterie de Meftah	Invité
D.Touil	Maître de conférences A, USD Blida	Rapporteur

Blida, Avril 2010

RESUME

En réalité industrielle, la farine crue à ciment est produite par le broyage d'un mélange constitué de trois ou quatre constituants de matières premières. En conséquence et afin de répondre à cette insuffisance, l'étude expérimentale que nous effectuerons visera à analyser la cinétique de broyage de ce mélange dans un broyeur à boulets de laboratoire. Nous avons analysé le broyage discontinu en fonction de temps des matériaux d'un mélange cru à ciment (calcaire, argile, sable, minerai de fer et tuf) séparément aussi bien qu'une partie d'un mélange. Sur un plan cinétique, en se basant sur le modèle du bilan de population, nous avons constaté que la vitesse de disparition de la taille des particules des mélanges en fonction de temps admet une cinétique d'ordre 1. De même, la fonction spécifique de sélection est dépendante de la dimension des boulets, et présente un maximum spécifique pour une certaine taille de particules; alors que la fonction de distribution du broyage n'est pas complètement normalisable. De ce fait, elle est ajustée par l'ensemble des équations proposées par Austin et ses collaborateurs. L'analyse de la cinétique du broyage hétérogène (mélanges des matières premières) montre que le modèle cinétique est capable de décrire les distributions granulométriques en fonction des dimensions et conditions opératoires du broyeur et que la cinétique du bilan de population ne se concentre pas uniquement au mélange binaire, considéré comme un matériau homogène spécifique et que l'utilisation de la solution de Reid, sous forme de calcul matriciel, est satisfaisante pour prédire durant les premiers instants de broyage les distributions granulométriques obtenues pour différentes conditions de broyage.

Mots clés

Cimenterie – Broyeur à boulets - Broyage – cru -Modélisation - Cinétique -Bilan de population – Ciment- Clinker

ABSTRACT

Actually industrial, the raw material believed in cement is produced by the crushing of a mixture made up of three or four raw material components. Consequently and in order to answer this insufficiency. the experimental study that we will carry out will aim at analyzing the kinetics of crushing of this mixture in a ball mill of laboratory. We analyzed discontinuous crushing according to time of materials of a mixture believed in cement (calcareous, clay, sand, iron ore and tuff) separately as well as part of a mixture. On a kinetic level, while basing itself on the model of the assessment of population, we noted that the speed of disappearance of size of the particles of the mixtures according to time admits kinetics of order 1. In the same way, the specific function of selection is dependent on the dimension of the balls, and presents a specific maximum for a certain size of particles; whereas the function of distribution of crushing is not completely normalisable. So it is adjusted by the whole of the equations suggested by Austin and his/her collaborators the analysis of the kinetics of heterogeneous crushing (mixtures of the raw materials) shows that the kinetic model is able to describe the granulometric distributions according to dimensions and operating conditions of the crusher And that the kinetics of the assessment of population does not concentrate solely with the binary mixture, considered as a specific homogeneous material and that the use of the solution of Reid, in the form of matrix algebra, is satisfactory to predict during the first moments of crushing the granulometric distributions obtained for various conditions of crushing.

Key words

Cement industry - Ball mill - Grinding - raw material -Modeling - Grinding kinetics - Clinker- Cement

REMERCIEMENTS

Je remercie d'abord notre Dieu Le Tout puissant pour m'avoir donné la patience, le courage et la volonté à accomplir ce Mémoire qui a été réalisé au laboratoire Energie et Pollution atmosphérique (LEPA) au Département de Chimie industrielle de l'Université Saad Dahlab de Blida sous la direction de Monsieur D.Touil maître de Conférences au département de chimie industrielle faculté des sciences de l'ingénieur à qui j'exprime mes sincères reconnaissances pour son aide précieuse, ces conseils pratiques et techniques.

J'adresse également mes remerciements respectueux à Mm N.Bouchenafa Maître de Conférence à l'université Saad Dahlab de Blida qui m'a fait l'honneur d'assurer la présidence du jury de mon mémoire.

J'associe à ces remerciements Mr S.BELAADI Professeur à l'USTHB et Mr D.Ghernaout Maître de conférences à l'université Saad Dahlab de Blida qui ont bien voulu accepter d'en être les examinateurs. Je tiens à leur exprimer ma sincère reconnaissance pour l'attention et le soin qu'ils ont apportés à l'examen de ce mémoire.

Je tiens également à remercier Mr M.Ghanem, le Directeur Commercial de Cimenterie de Meftah qui m'a si gentiment accueillie et m'a apportée tout son soutien et son savoir faire.

Mes vifs remerciements à mon époux d'avoir toujours été là à mon côté, de m'avoir soutenue et encouragée tout au long de la réalisation de mon Mémoire. Mon vif remerciement va également à mes chers parents, mes chers sœurs et frères, et à toute ma famille et à toute ma belle famille.

Enfin je tiens à remercier tous mes enseignants de Département de Chimie industrielle qui ont veillé à notre formation, sans oublier toute personne qui a participé à la réalisation de ce travail de près ou de loin.

LISTE DES ILLUSTRATIONS ,GRAPHIQUES ET TABLEAUX

Figure 1.1	Procédé de fabrication de ciment par voie sèche	16
Figure 1.2	Etapes de fabrication du ciment par voie sèche	17
Figure 1.3	Calcaire, argile et minerai de fer d'une cimenterie	19
Figure 1.4	Pré-homogénéisation des matières premières	20
Figure 1.5	Courbe granulométrique d'un mélange cru à ciment	24
Figure 1.6	Clinker	26
Figure 1.7.	Ligne de cuisson par voie sèche	26
Figure 1.8	Vue microscopique d'une lame mince de clinker	30
Figure 1.9.	Teneur en chaux libre et refus au tamis 90 µm	33
Figure 1.10	Dimension maximale des grains et temps de réaction	34
Figure 2.1	Concasseur à mâchoires.	36
Figure 2.2	Schéma de principe du granulomètre à laser.	40
Figure 2.3	Schéma du perméabilimètre de Blaine	42
Figure 2.4	Schéma d'un broyeur à boulets	43
Figure 2.5	Mode de fonctionnement d'un broyeur à boulets.	44
Figure 2.6	Circuit ouvert de broyage	46
Figure 2.7	Circuit fermé de broyage	47
Figure 3.1	Analyse minéralogique du calcaire	61
Figure 3.2	Analyse minéralogique du tuf	62
Figure 3.3	Analyse minéralogique de l'argile.	63
Figure 3.4	Dispositif expérimental de broyage.	66
Figure 3.5	Mélangeur rotatif.	68
Figure 3.6	Vue microscopique d'un clinker portland.	69
Figure 4.1	cinétique de broyage du calcaire	72
Figure 4.2	cinétique de broyage de l'argile	72
Figure 4.3	cinétique de broyage du minerai de fer	73
Figure 4.4	cinétique de broyage de sable	73
Figure 4.5	cinétique de broyage de tuf	74
Figure 4.6	Fonction de sélection du calcaire en fonction de la taille initiale des particules	74
Figure 4.7	Fonction de sélection du l'argile en fonction de la taille	75

	initiale des particules	
Figure 4.8	Fonction de sélection du minerai de fer en fonction de la taille initiale des particules	75
Figure 4.9	Fonction de sélection du tuf en fonction de la taille initiale des particules	76
Figure 4.10	Fonction de distribution de broyage du calcaire	78
Figure 4.11	Fonction de distribution de broyage de l'argile	78
Figure 4.12	Fonction de distribution de broyage du minerai de fer	79
Figure 4.13	Fonction de distribution de broyage du sable	79
Figure 4.14	Fonction de distribution de broyage du tuf	80
Figure 4.15	Fonction de distribution de broyage du calcaire	80
Figure 4.16	Fonction de distribution de broyage de l'argile	81
Figure 4.17	Fonction de distribution de broyage du minerai de fer	81
Figure 4.18	Fonction de distribution de broyage du tuf	82
Figure 4.19	Fonction de distribution de broyage du tuf	82
Figure 4.20	Distributions granulométriques expérimentales et calculées du calcaire	84
Figure 4.21	Distributions granulométriques expérimentales et calculées de l'argile	85
Figure 4.22	Distributions granulométriques expérimentales et calculées du minerai de fer	85
Figure 4.23	Distributions granulométriques expérimentales et calculées du sable	86
Figure 4.24	Distributions granulométriques expérimentales et calculées du tuf	86
Figure 4.25	Cinétique de broyage du mélange I	87
Figure 4.26	Cinétique de broyage du mélange II	87
Figure 4.27	Cinétique de broyage du mélange III	88
Figure 4.28	Fonction de sélection du mélange binaire en fonction de la taille initiale des particules	89
Figure 4.29	Fonction de sélection du mélange ternaire en fonction de la taille initiale des particules	89

Figure 4.30	Fonction de sélection du mélange III en fonction de la taille initiale des particules	90
Figure 4.31	Fonction de distribution de broyage du mélange I	91
Figure 4.32	Fonction de distribution de broyage du mélange II	91
Figure 4.33	Fonction de distribution de broyage du mélange III	92
Figure 4.34	Comparaison des distributions de taille expérimentales et calculées du mélange I	93
Figure 4.35	Comparaison des distributions de taille expérimentales et calculées du mélange II	93
Figure 4.36	Comparaison des distributions de taille expérimentales et calculées du mélange III	94
Figure 5.1	Le refus au tamis 90 μm en fonction du temps	96
Figure 5.2	Distributions granulométriques des Classes de taille (0.5 – 0.4mm) et (0.31 – 0.22mm)	97
Figure 5.3	Variance en fonction du nombre de tours du mélangeur	98
Figure 5.4	Variance en fonction de la vitesse initiale de broyage	100
Figure 5.5	Perte au feu en fonction de la température	101
Figure 5.6	Pourcentage de CaO libre en fonction de la température	102
Tableau 1.1	Impuretés nuisibles dans les matières premières	19
Tableau 1.2	Teneurs des oxydes dans le cru	22
Tableau 13	Teneurs moyennes des composants secondaires d'une farine crue	23
Tableau 14	la surface spécifique Blaine et le refus au tamis 90 μm des mélanges crue	25
Tableau 1.4	Réactions mises en jeu dans la cuisson du clinker	29
Tableau 1.6	Composition minéralogique du clinker	30
Tableau 21:	Work Index moyen de quelques matériaux	47
Tableau 3.1	Analyse granulométrique du calcaire	58
Tableau 3.2	Analyse granulométrique de l'argile	59
Tableau 3.3	Analyse granulométrique du minerai de fer	59
Tableau 3.4	Analyse granulométrique du sable	59
Tableau 3.5	Analyse granulométrique du tuf	59
Tableau 3.6	Humidité des matériaux	60

Tableau 3.7	Analyse chimique des matières premières	64
Tableau 3.8	Abréviations et indices des oxydes et des matières premières	65
Tableau 3.9	Composition massique des mélanges crus	65
Tableau 3.10	Composition de la charge des boulets	66

NOMENCLATURE

$B_{i,j}$	Fonction de broyage cumulée relative aux classes i et j	
$b_{i,j}$	Fonction de broyage relative aux classes i et j	
$B(x,y)$	Fonction de broyage	
B	Matrice de broyage	
d_{50}	Taille médiane des particules	m
d_{80}	Dimension de la maille carrée du tamis laissant passer 80% du matériau	m
D	Diamètre du broyeur	m
d_B	Diamètre de boulets	m
F_i	Pente de droite	
f_c	Fraction du volume du broyeur occupée par la matière de porosité 0,4	
J	Taux de charge de boulets	
k	Constante cinétique	s^{-1}
$K_{s,t}$	Coefficient de saturation de la chaux	
L	Longueur du broyeur	m
m	Débit massique de matière	$Kg.s^{-1}$
m_i	Fraction massique de particules de classe i	
$m(t)$	Vecteur granulométrique à l'instant t	
$m(x,E)$	Fraction massique de particules de classe i à une énergie spécifique E	
Ms	Module silicique	
MAF	Module alumino-ferrique	
M	Masse molaire	$g.mol^{-1}$
$M(x,t)$	Masse de particules de taille x à l'instant t	kg
M_i^E	Masse de particules de classe i à une énergie spécifique E	kg
n	Dispersion granulométrique ou pente de Rosin-Rammler	
Nc	Vitesse de rotation critique	$Rev.s^{-1}$
P_i	Fraction massique cumulée de taille inférieure à i	
$S(x)$	Fonction de sélection des particules de taille x	s^{-1}
S_i	Fonction de sélection relative à la classe i	s^{-1}
S_i^E	Fonction spécifique de sélection relative à la classe i	$[kWh.t^{-1}]^{-1}$
S	Matrice de sélection	
S^E	Matrice de la fonction spécifique de sélection	
S_m	Fonction de sélection maximale	s^{-1}
S_1	Fonction de sélection relative à la classe mère des particules	s^{-1}
t	Temps	s
T	Température	°C ou K
U	Taux de charge de matière	
Wi	Indice énergétique de Bond	$kWh.t^{-1}$
x	Fraction massique	
x_{50}	Taille médiane des fragments produits	m
x	Taille de particule	m
x_0	Taille caractéristique	m
x_m	Module de Gaudin-Shumann	m
x_1, x_2	Dimension de la maille carrée du tamis laissant passer 80% du matériau	m
x_m	Taille de particules correspondant à la fonction de sélection maximale	m
x_f	Taille initiale des particules	m
x_p	Taille de particules correspondant au point pivot	m
y	Fraction massique cumulée de taille inférieure à x	

TABLE DES MATIERES

Résumé

Abstract

Nomenclature

Introduction **12**

Chapitre 1: Préparation et mise en forme du mélange cru à ciment

1.1	introduction	15
1.2	Description du procédé de fabrication du ciment par voie sèche	15
1.3	Préparation du mélange cru à ciment	16
1.3.1	Réception et contrôle des matières premières	18
1.3.2	Extraction, concassage et stockage des matières premières	19
1.3.3	Préhomogénéisation	20
1.3.4	Dosage, broyage, séchage et homogénéisation du mélange cru	21
1.3.5	Propriétés d'usage du mélange cru	21
1.4	Cuisson du clinker	25
1.4.1	Processus physico-chimique de transformation de la farine crue en clinker	27
1.4.2	Composition minéralogique du clinker	29
1.4.3	Impact de la cuisson sur l'environnement	30
1.5	Influence du processus de broyage sur l'aptitude à la cuisson	31
1.5.1	Aptitude à la cuisson du mélange cru	31
1.5.2	Influence du processus de broyage	32
1.6	Conclusion	34

Chapitre 2: Aspects théoriques et synthèse bibliographique sur le broyage homogène et hétérogène dans un broyeur à boulets

2.1	Introduction	35
2.2	Procédé de fragmentation	35
2.2.1	Aptitude des matériaux à la fragmentation	35
2.2.2	Types de fragmentation	36

2.3	Granulométrie et surface spécifique d'un ensemble de particules	37
2.3.1	Analyse granulométrique	37
2.3.2	Méthodes d'analyse granulométrique	38
2.3.3	Modèles de distribution granulométrique	40
2.3.4	Surface spécifique et perméabilimètre de Blaine	42
2.4	Le procédé de broyage dans un broyeur à boulets	43
2.4.1	Description d'un broyeur à boulets	43
2.4.2	Les paramètres opératoires d'un broyeur à boulets	44
2.4.3	Modes de broyage	46
2.4.4	Dimensionnement des broyeurs à boulets	47
2.5	Approche mathématique du procédé de broyage d'un matériau homogène	48
2.5.1	Fonction de sélection	49
2.5.2	Fonction de broyage	49
2.5.3	Description mathématique du procédé de broyage discontinu en milieu sec	50
2.5.4	Détermination des fonctions de sélection et de broyage	52
2.6	Synthèse bibliographique sur la cinétique de broyage d'un mélange de matériaux	54
2.7	Conclusion	57

Chapitre 3 : Matériel utilisé et Méthodologie expérimentale

3.1	introduction	58
3.2	III.1 Caractérisation des matières premières	58
3.2.1	Tamissage	58
3.2.2	Séchage	59
3.2.3	Analyse minéralogique	60
3.2.4	Analyse chimique	60
3.3	Dosage du mélange cru des matières premières	64
3.4	Cinétiques de broyage	66
3.4.1	Dispositif et conditions opératoires de broyage	66
3.4.2	Détermination des paramètres cinétiques	66
3.5	Influence de la cinétique de broyage sur l'homogénéisation	67

et la cuisson de la farine crue

3.5.1	Analyse granulométrique de la farine crue	67
3.5.2	Influence exercée sur l'homogénéisation	67
3.5.3	Influence exercée sur la cuisson	68
3.6	Conclusion	70

Chapitre 4 : Détermination de la cinétique de broyage Du mélange des matières premières

4.1	Introduction	71
4.2	Broyage homogène	71
4.2.1	Détermination de la fonction de sélection et de broyage	71
4.2.1.1	Fonction de sélection	71
4.2.1.2	Influence de la taille mère des particules	74
4.2.1.3	Fonction de broyage	76
4.2.2	Distributions granulométriques calculée par le modèle du bilan de population	82
4.3	Broyage hétérogène	86
4.3.1	Fonction de sélection	86
4.3.2	Influence de la taille mère des particules	88
4.3.3	Fonction de broyage	90
4.3.4	Distributions granulométriques calculée par le modèle du bilan de population	92
4.4	Conclusion	94

Chapitre 5: Influence de la cinétique de broyage sur L'homogénéité et la réactivité de la farine crue

5.1	Introduction	95
5.2	Broyage du mélange cru et finesse produite	95
5.3	Analyse granulométrique de la farine crue	96
5.4	Homogénéisation du mélange cru	97
5.5	Influence de la vitesse initiale de broyage sur l'homogénéisation du mélange cru	99
5.6	Influence de la vitesse initiale de broyage sur la cuisson du mélange cru	100

5.6.1	Perte au feu	100
5.6.2	Réactivité	101
5.7	Conclusion	102
	Conclusion	103
	Bibliographie	

INTRODUCTION

L'obtention d'une solide fin par un procédé de broyage est une opération industrielle courante. C'est pourtant l'une des opérations les moins maîtrisées aussi bien au niveau de la consommation énergétique que des propriétés des produits broyés.

Lors du broyage d'un matériau, on produit des fragments de toutes formes et de toutes dimensions, allant de quelques millimètres jusqu'aux poussières les plus fines. Il est essentiel de pouvoir caractériser l'état granulométrique de toute matière divisée. Pour ce faire, il convient préalablement de définir la dimension d'un ensemble de particules ou de déterminer pour les produits relativement fins la surface spécifique. Cette dernière mesure est une fonction directe de la granularité mais elle ne rend aucun compte de la distribution des dimensions.

Le modèle du broyeur à boulets inspiré de l'approche de Bond est relativement limité dans la justesse de sa prédiction, du fait que la "granulométrie" a été longtemps assimilée à une taille caractéristique d'un lot de particules. Le traitement mathématique de l'ensemble de la distribution granulométrique est apparu en réalité avec l'apparition du modèle cinétique qui constitue actuellement pour le broyage homogène une procédure d'extrapolation pour la conception de ces installations dans l'industrie minérale. Si ce modèle cinétique est capable même de décrire les distributions granulométriques en fonction des dimensions et conditions opératoires du broyeur, il n'a pas intrinsèquement vocation à décrire leurs évolutions en fonction de l'environnement hétérogène du matériau broyé.

L'analyse de la cinétique du broyage hétérogène rapportée par la littérature montre que les connaissances scientifiques en ce domaine sont encore insuffisantes et la cinétique du bilan de population se concentre uniquement au mélange binaire, considéré comme un matériau homogène spécifique.

L'étude bibliographique, que nous effectuerons a pour but d'acquérir un ensemble d'informations sur le processus du broyage. En réalité, il s'agit dans cette étude de comprendre l'interaction, qui existe entre les phénomènes liés au processus de fragmentation des matières broyées, dans

Le premier chapitre, nous présentons tout d'abord un résumé des principales étapes du procédé de fabrication du ciment portland en voie sèche, en particulier la préparation et la mise en œuvre du mélange cru à ciment. Nous précisons ensuite, l'influence du processus de broyage du mélange cru des matières premières, exercée sur l'aptitude à la cuisson du clinker.

Dans le deuxième chapitre nous présentons certaines notions fondamentales dans le domaine du broyage des matériaux. Ensuite, nous rappellerons certaines généralités sur le broyage et les modèles de distribution granulométrique, communément employés et utilisés dans la littérature. Nous nous intéresserons ensuite, à la description de l'approche moderne de la cinétique de broyage homogène reposant sur les bilans de population. Enfin, nous dégageons une synthèse bibliographique sur l'application de cette approche cinétique au broyage hétérogène d'un mélange de matériaux.

Le troisième chapitre, est consacré à la présentation du matériel utilisé et à la description de la méthodologie expérimentale suivie par la caractérisation des matières premières, la préparation et le dosage des mélanges crus, leur broyage et enfin l'homogénéisation et la clinkérisation de la farine crue.

Dans le quatrième chapitre nous approchons à l'échelle de laboratoire la cinétique de broyage du calcaire de l'argile du sable du minerai de fer et du tuf, qui constituent les matières premières de la cimenterie de Meftah. Deux opérations différentes du broyage sont effectuées ; le broyage séparé et le co-broyage de ces matériaux. Afin de vérifier la validité du modèle du bilan de population pour ces processus de broyage, les distributions de taille de particules calculées sont comparées par rapport à celles mesurées expérimentalement.

Enfin, dans le cinquième chapitre nous avons présenté les résultats et leur interprétation tout en précisant l'influence de la fonction de sélection ou la vitesse initiale de broyage sur les processus d'homogénéisation et de la cuisson du mélange cru.

En réalité industrielle, la farine crue à ciment est produite par le broyage d'un mélange constitué de trois ou quatre constituants de matières premières. En conséquence et afin de répondre à cette insuffisance, l'étude expérimentale

que nous effectuerons visera à analyser la cinétique de broyage de ce mélange dans un broyeur à boulets de laboratoire.

CHAPITRE 1

PREPARATION ET MISE EN FORME DU MELANGE CRU A CIMENT

1.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présentons tout d'abord un résumé des principales étapes du procédé de fabrication du ciment portland en voie sèche, en particulier la préparation et la mise en œuvre du mélange cru à ciment. Nous précisons ensuite, l'influence du processus de broyage du mélange cru des matières premières, exercée sur l'aptitude à la cuisson du clinker.

1.2 Description du procédé de fabrication du ciment par voie sèche

Les procédés de fabrication du ciment 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 ciment les plus modernes et les plus performants. La fabrication et la mise en œuvre du ciment Portland par voie sèche passent par différentes étapes de transformations physico-chimiques, sous l'action d'importantes quantités d'énergie mécanique et thermique telle qu'illustrée en figure (1.1). 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 [1]. le progrès dans la mouture fine et l'homogénéisation des mélanges secs permettent d'obtenir aujourd'hui des ciments Portland de qualité, ce qui fait au cours des dernières décennies, la voie sèche devient de plus en plus utilisée.

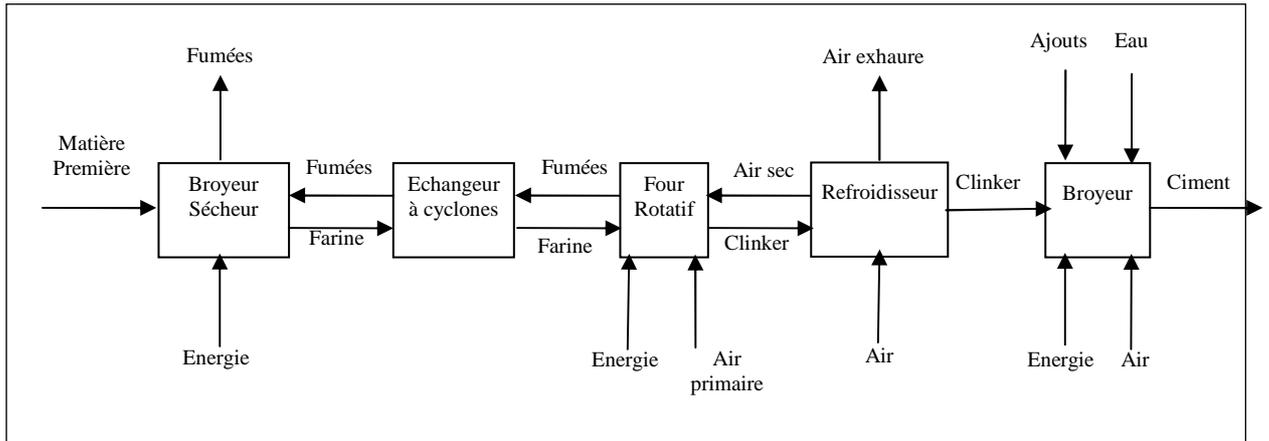


Figure 1.1 : Procédé de fabrication de ciment par voie sèche [1]

1.3 Préparation du mélange cru à ciment

L'alimentation des fours requiert une matière sous forme de farine, ayant la finesse et la composition chimique désirées. Le mélange cru alimentant le four subit en général des opérations de préparation et de traitements préalables (figure 1.2) qui sont suivies avec un grand soin par le laboratoire de la cimenterie, pour assurer une qualité constante du clinker et du ciment.

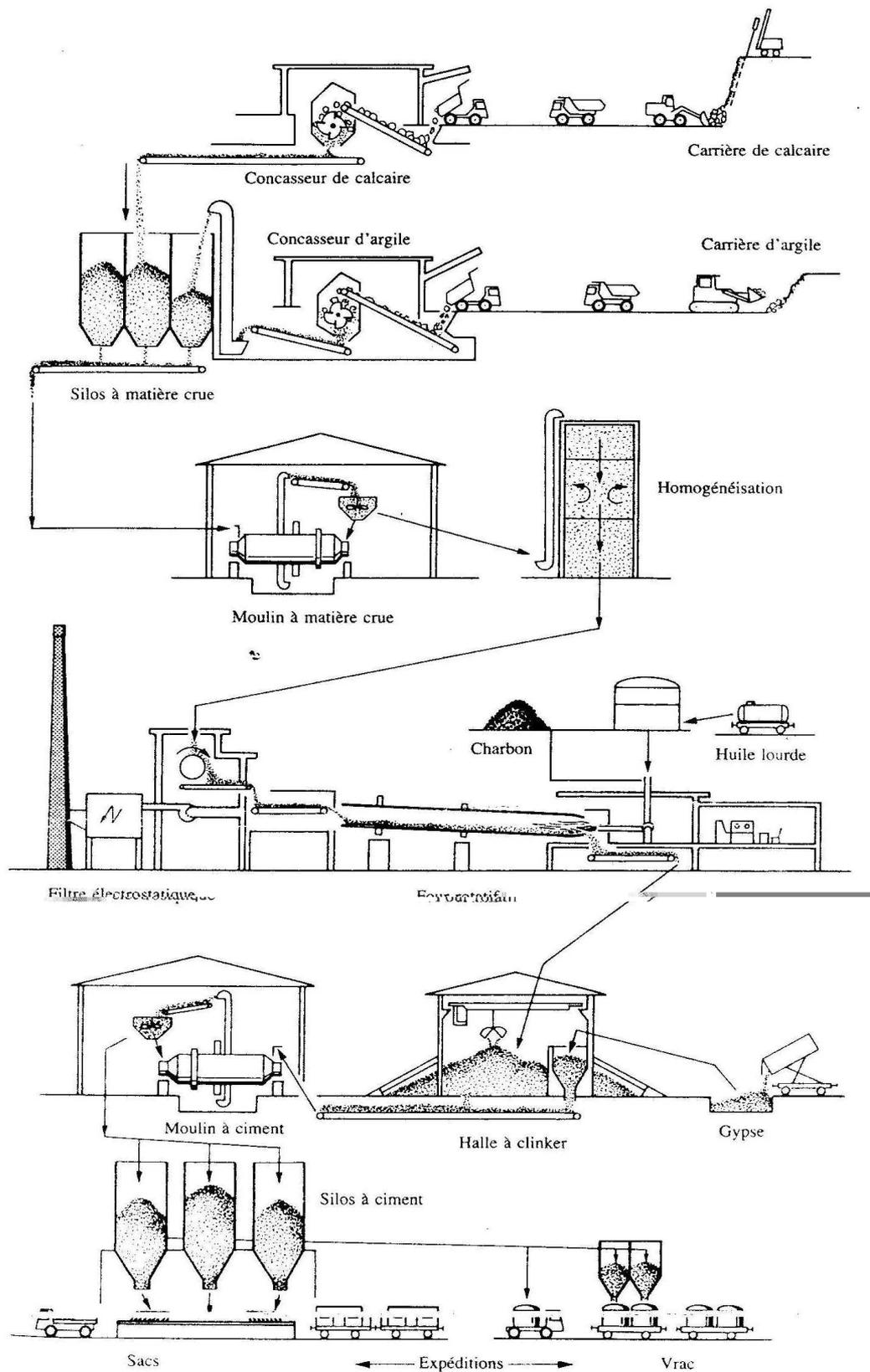


Figure 1.2. Etapes de fabrication du ciment par voie sèche [2]

1.3.1 Réception et contrôle des matières premières

Le cimentier mélange plusieurs matériaux de composition chimique ou de composition minéralogique différente pour préparer le cru destiné à la fabrication du clinker. Les contrôles de réception des matières premières acceptées dans le processus sont plus légers. Ils sont souvent limités à la détermination d'une ou plusieurs caractéristiques de base du matériau (titre en carbonate d'un calcaire, etc.). Ils sont destinés à mettre en évidence des valeurs moyennes et les variations des caractéristiques granulométriques, chimique et minéralogique du matériau pouvant influencer le procédé. Généralement, ces contrôles de réception servent aussi à établir la facturation des matériaux achetés à l'extérieur de l'entreprise.

Les matières premières principales entrant dans la fabrication des ciments portlands sont constituées de calcaires et d'argiles, de sables et de minerais de fer. D'autres matières premières sont considérées comme principales dans certaines cimenteries telles que le marne, le schiste, le laitier, la pouzzolane, le tuf, etc.

- Les calcaires sont constitués, principalement, de carbonate de calcium titrant au minimum 90% de CaCO_3 , qui se présente sous forme de calcite ou d'aragonite. La calcite est la forme cristalline la plus stable et la plus courante de CaCO_3 . Elle est souvent accompagnée de petites quantités d'argiles, de sable, de limon et surtout de dolomite qui est un carbonate double de calcium et de magnésium de formule $[\text{Ca}, \text{Mg}] (\text{CO}_3)_2$.
- Les argiles sont formées essentiellement de silice, d'alumine et de fer. Leurs teneurs sont variables d'une argile à une autre. Les argiles utilisées sont généralement constituées de plusieurs minéraux en proportions variables. Les plus répandues sont la montmorillonite ($\text{Al}_2\text{O}_3, 4\text{SiO}_2, \text{H}_2\text{O}.n\text{H}_2\text{O}$), l'illite ($[\text{K}_2\text{O}, \text{H}_2\text{O}], 3\text{Al}_2\text{O}_3, 6\text{SiO}_2$), la kaolinite ($\text{Al}_2\text{O}_3, 2\text{SiO}_2, 2\text{H}_2\text{O}$) et la chlorite ($10[\text{Mg}, \text{Fe}] \text{O}, 2\text{Al}_2\text{O}_3, 6\text{SiO}_2, 8\text{H}_2\text{O}$).

L'utilisation des ajouts correctifs est sans cesse croissante. Ils sont ajoutés au mélange de calcaire et d'argile pour ajuster les teneurs en certains oxydes comme SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 .



Figure 1.3. Calcaire, l'argile et le minerai de fer d'une cimenterie [2]

Si les matières premières permettent de réaliser un mélange cru pour la fabrication du ciment, ces mêmes matières premières apportent souvent des impuretés dont les effets se manifestent au niveau de la qualité du ciment et, éventuellement, au niveau du procédé de sa fabrication. Les impuretés nuisibles les plus rencontrées sont :

Tableau 1.1 Les impuretés nuisibles dans les matières premières

MgO	K ₂ O et Na ₂ O
SO ₃	Mn ₂ O ₃
P ₂ O ₅	TiO ₂
SrO	Cl ⁻
F ⁻	Cr ₂ O ₃

1.3.2 Extraction, concassage et stockage des matières premières

Les matières premières sont extraites des parois rocheuses d'une carrière à ciel ouvert par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique ou encore par ripage au bulldozer. La roche est reprise par des dumpers vers un atelier de concassage. Pour produire des ciments de qualités constantes, les matières premières doivent être très soigneusement échantillonnées, dosées et mélangées de façon à obtenir une composition parfaitement régulière dans le temps.

Le calcaire abattu à l'explosif subit deux opérations de concassage. Un concassage primaire qui permet de réduire la granulométrie de 1000 mm à l'entrée jusqu'à 100 mm à la sortie et un second concassage qui permet de

réduire la granulométrie jusqu'à 30 mm. L'argile subit un concassage unique qui réduit la taille des particules à 30 mm.

L'utilisation des halls de stockage dépend des conditions climatiques et de la quantité de matière produite par l'installation du concassage. Pour une usine d'une production de 3 000 tonnes de clinker/jour, ces bâtiments peuvent contenir de 20 à 40 ktonnes de matériaux. Les ajouts correctifs utilisés en faibles quantités, peuvent être stockés dans des silos.

1.3.3 Préhomogénéisation

Le cru à partir duquel est fabriqué le clinker, est constitué par un mélange de matières premières naturelles qui contiennent les éléments nécessaires à l'élaboration du ciment dans les proportions qui conviennent à l'obtention d'un produit de qualité. Il est donc nécessaire de créer un mélange optimisé de matières premières qui présentent la composition requise. Une combinaison intime des différents matériaux préalablement concassés doit être réalisée, de manière à disposer d'un mélange de caractéristiques chimiques et physiques uniformes dans sa masse. Si la qualité des matériaux extraits des carrières est variable, la phase de pré homogénéisation consiste à procéder à un pré-mélange en les disposant en couches successives selon la longueur ou la circonférence du hall de stockage et en les prélevant perpendiculairement à l'axe des couches. Quand la composition chimique des matériaux extraits est relativement homogène, des systèmes plus simples de stockage et de reprise sont suffisants.



Figure 1.4 Pré-homogénéisation des matières premières [2]

1.3.4 Dosage, broyage, séchage et homogénéisation du mélange cru

Le pesage et le dosage précis des matériaux introduits dans le broyeur sont importants car ils déterminent la constance de la composition chimique du cru; cette constance est essentielle pour la stabilité de fonctionnement du four et pour l'obtention d'un ciment de qualité. Le mélange (calcaire, argile) et les additifs sont acheminés respectivement vers la trémie du mélange et les silos d'additifs par des bandes transporteuses. L'extraction de la matière première se fait par un tablier métallique qui déverse dans un doseur constitué par un peseur et une bande entraînée par un moteur à courant continu à vitesse variable. La matière première ainsi dosée, conformément aux analyses du laboratoire, est acheminée au moyen d'une bande transporteuse vers une trémie, pour être ensuite déversée dans un convoyeur d'alimentation du broyeur.

Le mélange cru est broyé dans un broyeur à boulets à deux compartiments (compartiment de dégrossissage et compartiment de finition) en poudre fine et séché simultanément à l'aide des gaz chauds du four et/ou de l'air d'exhaure du refroidisseur. Un four auxiliaire peut être nécessaire pour fournir le complément de chaleur nécessaire si les matières premières contiennent une forte proportion d'humidité. Le réglage des paramètres du séparateur aéraulique, utilisé pour trier le produit à la sortie du broyeur permet d'obtenir la finesse désirée de la farine crue.

Après broyage, le cru doit être homogénéisé une nouvelle fois pour être parfaitement homogène, de caractéristique chimique uniforme. L'homogénéisation pneumatique du mélange cru est réalisée par un brassage intime par l'air dans des silos conçus pour contenir plusieurs heures de production de farine crue. La farine introduite en continu au sommet du silo se dépose en couches superposées. L'air à une pression de 0.2 à 0.3 MPa est soufflé avec un débit spécifique d'environ $1\text{m}^3/\text{min.m}^2$ à travers d'éléments poreux disposés à la base du silo. La farine fluidifiée, mise en mouvement vertical et intimement mélangée retombe sur le fond où elle est extraite et évacuée vers le four.

1.3.5 Propriétés d'usage du mélange cru

La finesse et la composition chimique du produit issu du broyage des matières premières jouent un rôle important dans la cuisson du clinker.

▪ *Composition chimique de la farine crue*

La préparation du cru consiste à réaliser un mélange homogène de matières premières dans les proportions permettant d'obtenir un clinker dont la composition chimique respecte les limites précisées par le tableau 1.2.

Tableau 1.2 : Teneurs des oxydes dans le cru [3]

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

Le tableau 1.2 indique les valeurs usuelles dans lesquelles s'inscrit la composition du cru de la cimenterie dans son 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 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.

La qualité de la constitution de ce mélange cru peut être caractérisée par différents indices ou " modules " tels que : le standard de chaux et les modules silicique et alumino-ferrique.

Le standard de chaux indique le pouvoir liant CaO aux autres composants. Pour obtenir la saturation des oxydes, plusieurs formules ont été proposées, afin de déterminer la teneur en chaux nécessaire et pour obtenir des résultats sensiblement équivalents. Le coefficient de Kuhl [3] dit facteur de saturation est généralement retenu.

$$K_{st} = \frac{CaO}{2,8 SiO_2 + 1,1 Al_2O_3 + 0,7 Fe_2O_3} \quad (1.1)$$

CaO, Al₂O₃, SiO₂, Fe₂O₃ sont respectivement les teneurs massiques de ces composés dans la farine crue. La teneur optimale en CaO est déterminée à partir de ce coefficient. Dans la pratique, la valeur du coefficient de saturation est comprise respectivement entre 0,90 – 0,95 pour les clinkers des ciments normaux et 0,95 – 0,98 pour les clinkers des ciments à haute résistance. Pour faciliter les réactions de clinkérisation, une phase liquide doit exister pendant une des étapes de la cuisson. Une relation entre les proportions de SiO₂, Al₂O₃ et Fe₂O₃ doit être respectée, le module silicique définit cette relation.

$$MS = \frac{SiO_2}{Al_2O_3 + Fe_2O_3} \quad (1.2)$$

Ce module doit être maintenu constant pour obtenir un produit régulier. Sa valeur est comprise entre 2 et 3 pour un ciment Portland.

Le module alumino-ferrique conditionne la viscosité de la phase liquide, qui est une caractéristique importante pour les réactions mises en jeu dans le four, en particulier la fusion de la matière. Ce module est donné par :

$$MAF = \frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3} \quad (1.3)$$

MAF est compris entre 1,8 et 2,8 pour tous les clinkers en général.

Les composants secondaires de la farine crue peuvent influencer la qualité du clinker, leur dosage ne doit pas être négligé. De ce fait, les normes de qualité de clinker imposent une limite supérieure de ces constituants. Des exemples de teneurs moyennes d'une farine crue industrielle sont citées dans le tableau 1.3.

**Tableau 1.3 : Teneurs moyennes des composants secondaires
D'une farine crue [3]**

Elément	K ₂ O	Na ₂ O	Cl ⁻	SO ₃	MgO
Teneur (%)	0,5 – 1,3	0,05-0,5	0,01- 0,02	0,1 – 0,5	< 2

- *Finesse de la farine crue*

La finesse optimale du broyage des crus se détermine expérimentalement, en fonction des matériaux particuliers utilisés par chaque usine et compte tenu du coût des opérations du broyage, il convient cependant de noter que les meilleurs clinkers sont obtenus à partir de crus très fins. Lorsque les matériaux sont naturellement homogènes, comme le sont les marnes par exemple, il n'est pas nécessaire de recherché une finesse extrême. Quand ils sont hétérogènes au départ, et que le cru résulte de mélanges artificiels, il est par contre nécessaire de rechercher une grande finesse pour rendre les matériaux homogènes à l'échelle microscopique, et ainsi faciliter les réactions chimiques au cours de la cuisson.

La farine crue à plusieurs constituants se caractérise par le fait quelle ne suit aucune loi connue de répartition granulométrique (figure 1.5).

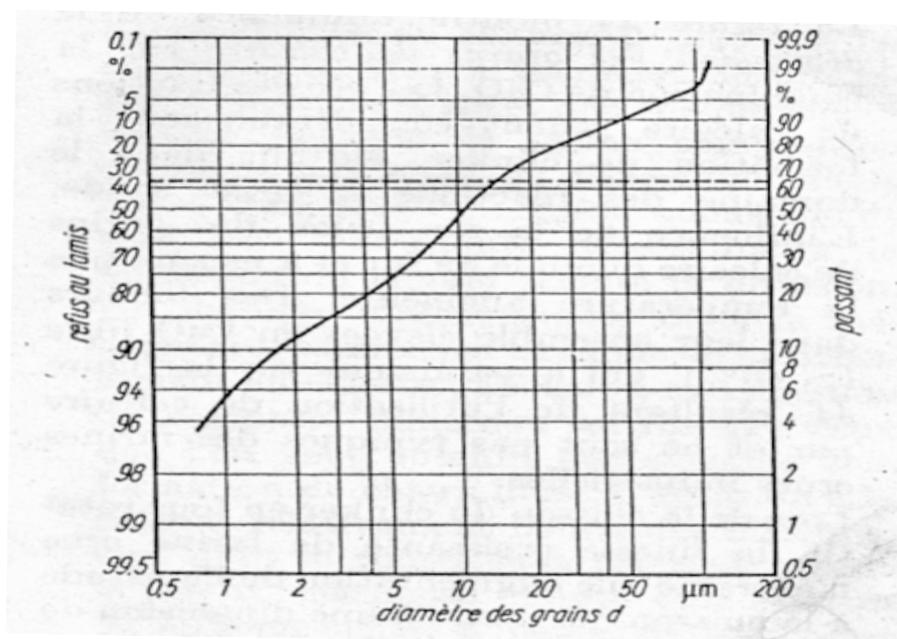


Figure 1.5. Courbe granulométrique d'un mélange cru à ciment [3]

A l'échelle industrielle, la finesse de la farine crue se caractérise par un refus au tamis 90 μm de l'ordre de 5 à 20 % [3]. Cordonnier et Flament [4] constatent que le broyage favorise une homogénéisation des produits broyés et proposent, pour une cuisson non perturbée de la farine crue et une bonne qualité du clinker, des refus de 1 et 11 % respectivement sur les tamis 100 et 200 μm . Dreizler et Schäfer [5] montrent que les propriétés minéralogiques et physiques des différents matériaux influencent de façon déterminante la cuisson du clinker, ils proposent ainsi pour la farine crue un refus au 90 μm

une valeur comprise entre 8,3 et 10,4 %. En revanche, lors des opérations de broyage effectuées dans un broyeur à boulets de laboratoire, Kakali et Tsvilis [6], évaluent la finesse des mélanges crus par le refus au tamis 90 μm et la surface spécifique Blaine (surface extérieure totale en cm^2 contenue dans un gramme de matière). Le tableau 1.4 suivant donne les finesses des quatre échantillons étudiés. Ces auteurs montrent que les taux de formation et de croissance des cristaux de la bélite (C_2S) augmente avec l'augmentation de la finesse du mélange cru.

Tableau 1.5 la surface spécifique Blaine et le refus au tamis 90 μm des mélanges crus

mélange cru	surface spécifique Blaine (cm^2/g)	R_{90} (μm)
1	3570	24,5 %
2	4180	16,6 %
3	4830	11 %
4	5680	5,8 %

Pliskin[2] rapporte que la finesse de la farine crue utilisée dans l'industrie cimentière française, est un refus de l'ordre de 1 à 1.5 % au tamis 160 μm . Raina et Janakirman [7], lors de l'étude de l'influence des minéralisateurs (CaSO_4 et la fluorine CaF_2) sur la cuisson du mélange cru, constatent qu'un refus de 10% sur le tamis 170 μm est suffisant pour donner un résultat économique sans affecter la qualité du clinker. Enfin, pour son étude expérimentale d'incorporation de quelques sous produits industriels dans le mélange cru, Kolovos [8] utilise un refus de 15 % au tamis 90 μm .

1.4 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 (clinkérisation) conduisant à la formation des principaux composés de ce semi-produit (figure 1.6). Le procédé de cuisson (figure 1.7) comporte un préchauffeur à cyclones, un four rotatif et un refroidisseur à grilles. Le préchauffage de la farine crue s'effectue dans la partie supérieure du préchauffeur à 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 du gaz naturel. Des ventilateurs situés après le préchauffeur et le refroidisseur aspirent 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 (3.5%). 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 tombe dans un refroidisseur où se produisent les échanges thermiques permettant une récupération de la chaleur et son refroidissement jusqu'à une température de 80 à 100 °C, pour le transporter et le broyer.



Figure 1.6. Clinker

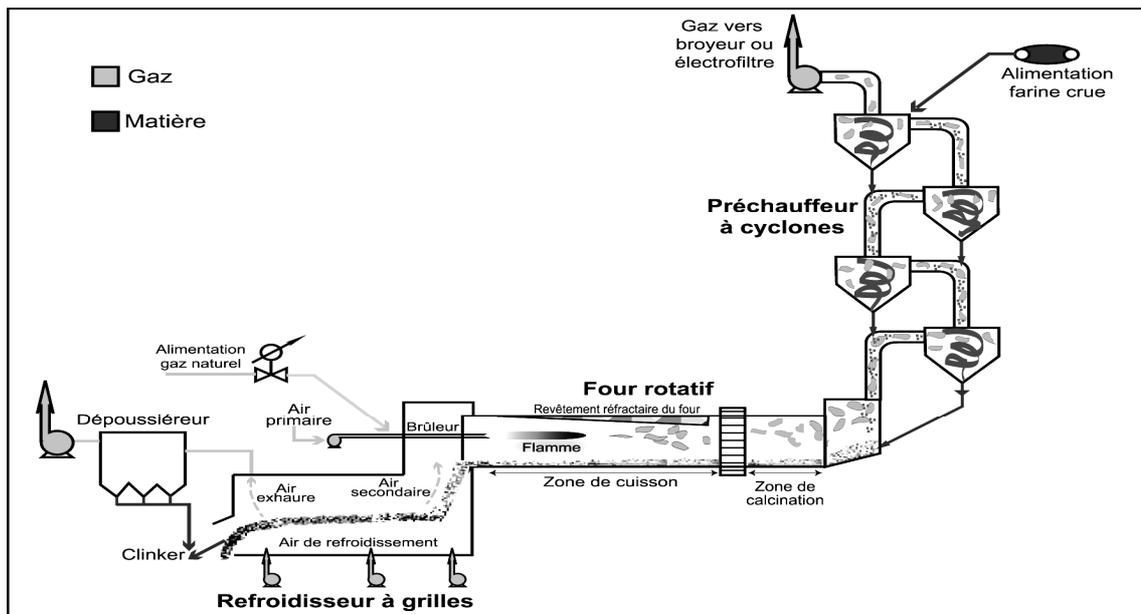


Figure 1.7. Ligne de cuisson par voie sèche [2]

1.4.1 Processus physico-chimique de transformation de la farine crue en clinker

Dans la fabrication du clinker à ciment Portland, la matière crue est chauffée jusqu'à la température de cuisson maximale. A ces températures, et au cours du chauffage, se déroulent différents processus de transformation de la farine. On peut distinguer ainsi différentes étapes de transformations.

○ Déshydratation

Un chauffage de la farine crue à 100 °C élimine l'eau libre non combinée. L'eau adsorbée par les argiles est libérée et s'échappe entre 100 et 300 °C. La déshydratation proprement dite des argiles, c'est à dire la libération de l'eau chimiquement combinée sous forme d'ions hydroxydes OH^- , se produit entre 300 et 800 °C, selon la nature et la granulométrie de l'argile. Ainsi, la Kaolinite ($\text{Al}_2\text{O}_3, 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) se transforme en Metakaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3, 2\text{SiO}_2$) entre 500 et 700 °C. A ce stade, les différents composés tels que SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_3O_3 s'activent et deviennent susceptibles de déclencher des réactions.

○ Décarbonatation

Les carbonates de calcium, qui constituent près de 80 % du cru, sont décomposés lors du chauffage en oxyde de calcium (CaO) et CO_2 selon la réaction suivante :



Cette réaction de décomposition, hétérogène et réversible, est fortement endothermique. L'enthalpie de la réaction, variable selon la nature du calcaire est d'environ 1672 kJ / kg de CaCO_3 entre 800 et 900 °C [9]. La décomposition du carbonate de magnésium en MgO et CO_2 est une réaction beaucoup moins intéressante pour la cuisson du clinker.



L'enthalpie de décomposition de MgCO_3 est d'ordre de $\Delta H_{298\text{K}} = 1395 \text{ kJ / kg}$ [10].

- Réactions en phase solide

Les réactions solides – solides sont des réactions lentes régies par les lois de diffusion. Le CaO formé par la décarbonatation entre 750 et 900 °C est très réactif. Il se combine lentement avec les oxydes présents et les composés déjà formés. Les réactions solide – solide entre CaO et oxydes conduisent à la formation de composés intermédiaires complexes, pauvres en CaO tels que : le silicate mono calcique CS et le silicate bicalcique C₂S et de faibles quantités de CA et C₁₂A₇. La teneur du mélange en CaO libre reste donc très faible, moins de 2% jusqu'à 850°C. Ces réactions se poursuivent jusqu'à environ 1250°C.

- Clinkérisation

À partir d'une température de 1320°C, variable selon la composition chimique du cru, une phase liquide apparaît. Elle est constituée du mélange de C₃A et C₄AF fondus. Vers 1450°C, cette phase liquide représente environ 20 à 30% de la masse du cru selon la valeur du module silicique. La fusion partielle du cru et des composés formés précédemment constitue le phénomène de clinkérisation, terme qui caractérise un processus physico-chimique de formation de matières premières sans fusion totale.

L'alite C₃S, élément essentiel du clinker, se forme au cours de la clinkérisation. La chaux libre CaO et le silicate bicalcique C₂S baignant dans la phase liquide se combinent pour donner l'alite. La réaction de formation de C₃S est essentiellement une réaction de dissolution et de cristallisation. La durée de la réaction est d'environ dix à quinze minutes.

- Refroidissement

Une fois la zone de cuisson franchie, les caractéristiques du clinker ne sont pas toutes figées. Pour cela on procède à la cristallisation de la phase liquide par un refroidissement rapide (trempe) qui a un effet bénéfique sur sa qualité. Il permet la cristallisation des aluminates et ferrites (C₃A et C₄AF) tout en évitant la décomposition du C₃S en C₂S et CaO. Ainsi, les silicates C₃S et C₂S restent quasiment inchangés du point de vue composition et forme. Le tableau 1.6 récapitule les principales réactions mises en jeu.

Tableau 1.6. Réactions mises en jeu dans la cuisson du clinker [11]

Température (°C)	Réaction chimique	Nature	ΔH_{298} (kcal/kg)
800 -1250	$\text{CaCO}_3 = \text{CaO} + \text{CO}_2$	Endo.ther	+425
	$2\text{CaO} + \text{SiO}_2 = \text{C}_2\text{S}$		-175
	$\text{CaO} + \text{Al}_2\text{O}_3 = \text{CA}$	Exo.ther	-24
	$3\text{CaO} + \text{Al}_2\text{O}_3 = \text{C}_3\text{A}$		-18
	$4\text{CaO} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 = \text{C}_4\text{AF}$		-16
1250-1450	$\text{C}_2\text{S} + \text{CaO} = \text{C}_3\text{S}$	Exo.ther	-118
1450-1250	Cristallisation de C_2S , C_3S , C_3A et C_4AF		

1.3.2 Composition minéralogique du clinker

Le clinker d'une forte hétérogénéité granulométrique (0,1– 40)mm, comprend essentiellement les deux silicates de calcium 3CaOSiO_2 et 2CaOSiO_2 . L'aluminium et le fer passent, en majeure partie, à l'état de $3\text{CaOAl}_2\text{O}_3$ et d'une solution solide de composition approximative $4\text{CaOAl}_2\text{O}_3\text{Fe}_2\text{O}_3$. Les proportions de ces éléments dépendent de la carrière et du déroulement de la cuisson.

La détermination numérique de la composition des phases du clinker

(figure 1.8) d'après Bogue (cité par [3]) fournit des valeurs indices pour la composition réelle des phases. Pour un clinker de ciment portland normal, on admet que :

$$\% \text{C}_3\text{S} = 4,07\text{CaO} - 7,60\text{SiO}_2 - 6,72\text{Al}_2\text{O}_3 - 1,43\text{Fe}_2\text{O}_3 \quad (1.4)$$

$$\% \text{C}_2\text{S} = 2,87\text{SiO}_2 - 0,75\text{C}_3\text{S} \quad (1.5)$$

$$\% \text{C}_3\text{A} = 2,65\text{Al}_2\text{O}_3 - 1,69\text{Fe}_2\text{O}_3 \quad (1.6)$$

$$\% \text{C}_4\text{AF} = 3,04\text{Fe}_2\text{O}_3 \quad (1.7)$$

Ces phases représentent environ 95% de la masse du clinker et sont constituées par les quatre oxydes CaO , SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 . Les

composants secondaires du clinker sont les oxydes MgO, SO₃ (sous forme de l'ion SO₄²⁻), K₂O, Na₂O, et autres. Les abréviations C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF correspondent réellement à des phases pures qui n'existent pas dans le clinker industriel.



Figure 1.8 Vue microscopique d'une lame mince de clinker [2]

Chacune des combinaisons citées forme des solutions solides avec d'autres oxydes. La qualité du clinker dépend de sa composition chimique et minéralogique. Il est essentiellement composé de quatre phases cristallines dont les teneurs sont présentées au tableau ci-dessous :

Tableau 1.7. Composition minéralogique du clinker [12]

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

1.4.3 Impact de la cuisson sur l'environnement

La clinkérisation est la partie la plus importante du procédé de fabrication de ciment pour ce qui concerne les émissions de gaz à effet de serre. Les émissions de dioxyde de carbone (CO₂), oxydes d'azote (NO_x) et de soufre

(SO₂), générées dans ces fours de cuisson contribuent notablement au réchauffement de l'atmosphère. Le CO₂ provenant de la combustion dépend de la consommation calorifique de l'installation. Les émissions sont comprises entre 300 et 500 kg de CO₂ par tonne de clinker pour tous combustibles confondus. Les émissions de SO₂ sont faibles de l'ordre de 0,6 kg / t de clinker. En fait, la majeure partie du SO₂ formé à partir du soufre du combustible, dont la teneur moyenne est de l'ordre de 3% (le gaz naturel n'est pas pris en considération) se combine aux oxydes alcalins pour former des sulfates qui sont fixés sur le clinker. Les émissions d'oxyde d'azote sont plus difficilement maîtrisables ; elles atteignent 2 kg/t de clinker. Ces oxydes se forment à la sortie des brûleurs du four aux hautes températures de flamme, nécessaires pour la cuisson du cru, par oxydation de l'azote moléculaire de l'air et de l'azote contenu dans le combustible. De ce fait, toute mesure de réduction de la dépense spécifique d'énergie calorifique, permettra de réduire l'utilisation de combustibles fossiles primaires et donc de réduire les émissions de gaz à effet de serre associées.

Par ailleurs, la décarbonatation du carbonate de calcium, contenu dans la farine crue, contribue aussi aux émissions de CO₂. En effet, le calcaire se décompose en CO₂ qui s'échappe à la sortie du préchauffeur et en CaO (chaux libre). Le CO₂ émis lors de cette décarbonatation est évalué à 520 kg/t clinker [13].

1.5 Influence du processus de broyage sur l'aptitude à la cuisson

1.5.1 Aptitude à la cuisson du mélange cru

La rapidité avec laquelle le système physico-chimique, constitué par le mélange de matières premières porté à une certaine température, évolue vers son état final, définit son aptitude à la cuisson. L'aptitude à la cuisson intervient sur le débit du four, la consommation calorifique, la bonne tenue des réfractaires. Elle influence par la suite la broyabilité du clinker. L'aptitude intervient donc sur le prix de revient de la cuisson du clinker et la mouture du ciment. On peut suivre au laboratoire l'avancement des réactions qui se produisent dans un four de cimenterie par la diminution de la perte au feu (cinétique de décarbonatation) et de la teneur en chaux libre de la farine

(cinétique de cuisson) en fonction de l'élévation de température jusqu'à plus de 1400 °C sur une pastille de porosité constante.

1.5.2 Influence du processus de broyage

La vitesse des réactions de décomposition, des réactions à l'état solide et des processus de dissolution est inversement proportionnelle à la grosseur des grains. L'aptitude à la cuisson de la farine crue, par conséquent le débit du four et la qualité du clinker, dépendent de la finesse de la farine crue. Celle-ci doit être moulue si finement que, dans le cadre de la durée de séjour établie technologiquement, et pour une température de cuisson correspondante, le processus de formation du clinker puisse se dérouler.

En ce qui concerne l'influence de la dimension des grains sur la vitesse de réaction, la teneur en gros grains (>90 µm) est beaucoup plus importante que la répartition granulométrique du fait que les grains de quartz et de calcite (> 150µm) ne peuvent réagir complètement pendant leur séjour, technologiquement conditionné, d'environ 20 minutes dans la zone de clinkérisation [3]. C'est pourquoi, pour d'autres conditions identiques, la teneur en CaO libre s'élève quand la teneur en gros grains augmente (figure I.9). Les données concernant la grandeur maximale permise de grains de quartz et de calcite, pour que les réactions puissent se produire en 20 minutes entre 1400 et 1500°C sont divergentes.

Johansen (cité par [3]) donne par exemple pour les cristaux de CaO une grandeur de grain maximale permise, à 1500°C, de 120µm. Toropov et Rumjancev (cité par [3]) montrent que les grains de quartz se dissolvent dans le clinker fondu bien plus rapidement que les grains de CaO. Ainsi, les grains de quartz de 400 µm peuvent encore réagir en 20 minutes à 1400°C.

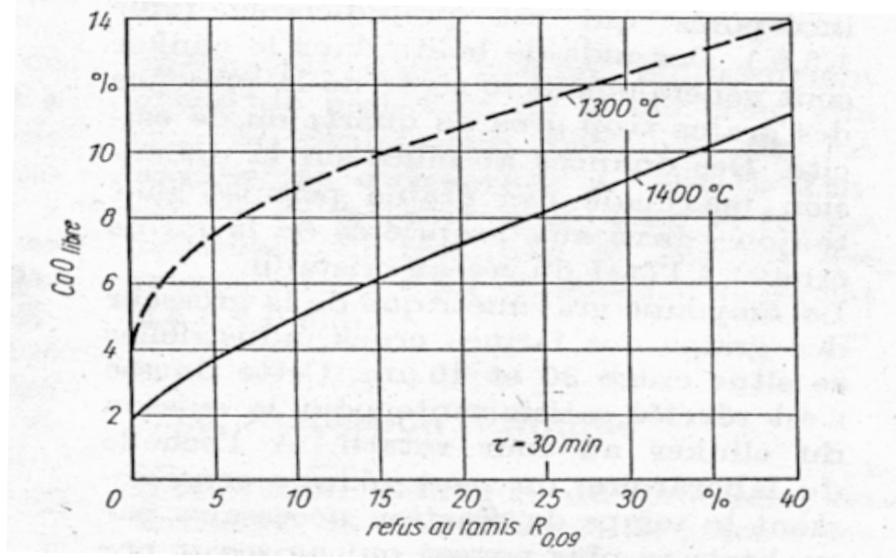


Figure 1.9. Teneur en chaux libre et refus au tamis 90 µm [3]

La moyenne gravimétrique de la grosseur des grains des farines crues industrielles se situe entre 30 et 40 µm. Cette finesse s'est révélée satisfaisante pour la cuisson du clinker au four rotatif. A l'échelle du laboratoire, on peut réduire sensiblement le temps de réaction nécessaire par un broyage plus poussé qui ne serait pas économique en réalité pour la cuisson en four rotatif. La figure 1.10 montre l'influence de la dimension maximale des grains lors de la cuisson rapide d'une farine crue industrielle sur le temps nécessaire de réaction. On peut ramener le temps de réaction nécessaire à 1450 °C de 9 min (farine crue dont 4 % >125µm) à 4,5 min pour $d_{max} = 40\mu\text{m}$. Une trop grande finesse de mouture favorise en particulier dans les grandes installations où les temps de séjour sont plus élevés les réactions à l'état solide qui se déroulent en dessous de la température de clinkérisation ce qui peut exercer une influence négative sur la dissolution de CaO et de C_2S dans le clinker fondu. C'est pourquoi une mouture expressément moins fine ($R_{0,09}$ jusqu'à 20%), réalisée dans quelques cimenteries, n'a entraîné aucune diminution de la qualité du clinker.

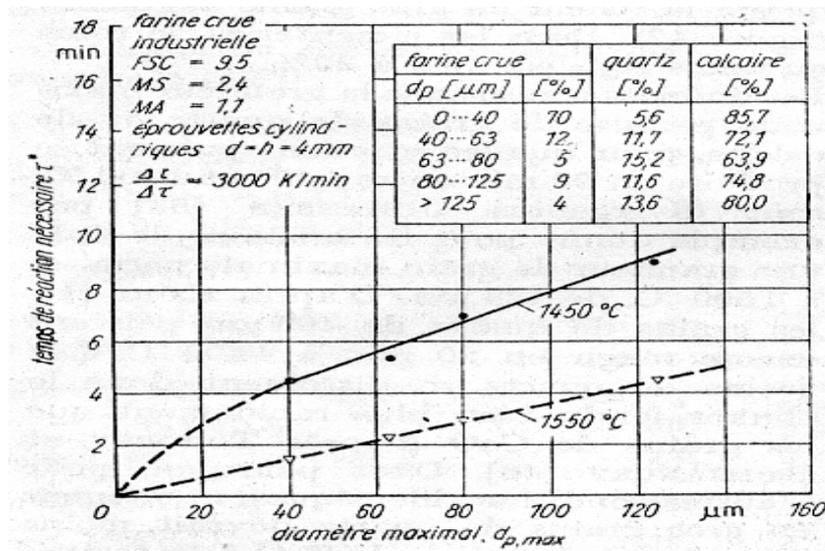


Figure 1.10. Dimension maximale des grains et temps de réaction [3]

1.6 CONCLUSION

A travers ce chapitre nous pouvons tirer les constatations suivantes:

- L'étape de cuisson du clinker est fortement consommatrice d'énergie calorifique. Toute mesure de réduction de la dépense spécifique d'énergie calorifique, permettra de réduire la consommation du gaz naturel et donc de réduire les émissions de gaz à effet de serre associées.
- Le broyeur à boulets est le type de broyeur le plus répandu dans l'industrie cimentière pour obtenir une bonne réactivité de clinkérisation pour le mélange cru des matières premières.
- L'aptitude à la cuisson de la farine crue et par conséquent le débit du four et la qualité du clinker, dépendent du processus du broyage du mélange cru.
- La finesse désirée de la farine crue à ciment est toujours approchée par le refus au tamis 90, 100 ou 200 μm . Cette taille caractéristique est ainsi utilisée pour approcher la distribution granulométrique du mélange cru lors du processus de broyage.

CHAPITRE 2

ASPECTS THEORIQUES ET SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LE BROYAGE HOMOGENE ET HETEROGENE DANS UN BROYEUR A BOULETS

2.1 Introduction

L'obtention d'une solide fin par un procédé de broyage est une opération industrielle courante. C'est pourtant l'une des opérations les plus mal maîtrisées aussi bien au niveau de la consommation énergétique que des propriétés des produits broyés.

Dans ce chapitre, nous présentons certaines notions fondamentales dans le domaine du broyage des matériaux. Ensuite, nous rappellerons certaines généralités sur le broyage et les modèles de distribution granulométrique, communément employées et utilisées dans la littérature. Nous nous intéresserons ensuite, à la description de l'approche moderne de la cinétique du broyage homogène reposant sur les bilans de population. Enfin, nous dégagerons une synthèse bibliographique sur l'application de cette approche cinétique au broyage hétérogène d'un mélange de matériaux.

2.2 Procédé de fragmentation

La réduction granulométrique d'un matériau est le résultat d'une fragmentation, ce terme englobe deux procédés connus et utilisés depuis des siècles: le concassage et le broyage. On considère que le concassage est la première étape de la fragmentation, le broyage alors est l'étape finale, par lequel on cherche à réduire la taille et/ou à augmenter la surface spécifique des particules solides. Son efficacité est toujours évaluée par une mesure de l'accroissement de la finesse.

2.2.1. Aptitude des matériaux à la fragmentation

Sur le plan pratique, on a essayé de caractériser à priori l'aptitude ou la résistance des matériaux à se laisser fragmenter, à partir des propriétés telles que la dureté, la capacité, la résistance à la compression et la résistance à

lflexion et au choc. Cette aptitude est quantifiée par des les indices énergétiques suivants :

- *Indice de Bond*: défini comme étant l'énergie consommée pour réduire un matériau de dimension initiale proche de 2mm à une dimension pour laquelle 80% de la masse a une taille inférieure à 100 μ m.
- *Indice de Hardgrove*: est la masse du solide de taille inférieure à 75 μ m produite par le test standard d' Hardgrove après un certain de nombre de tours. Plus la valeur de l'indice Hardgrove est élevée, plus facile est le broyage du solide considéré.
- *Indice d'abrasion*: est défini par l'usure d'un matériau en présence d'un échantillon

De matière à broyer [14].

2.2.2 Types de fragmentation

▪ Fragmentation grossière

La fragmentation grossière inclut les opérations de pré-concassage et de concassage proprement dites. Pour les matériaux rocheux, les technologies des appareils de fragmentation grossière reposent sur la mise en oeuvre de forces externes qui peuvent se rattacher à des actions de compression, de cisaillement et d'impacts. La classification des appareils tient compte du mode d'action principal. Il est souvent difficile de faire la part exacte de chaque type de force externe agissant car on observe que le résultat est global. Parmi les appareils de fragmentation, citons les concasseurs à mâchoires (figure 2.1), giratoire, à cylindre, à percussions et à cône. La consommation énergétique de la fragmentation grossière est de 1 à 4 kWh/t.

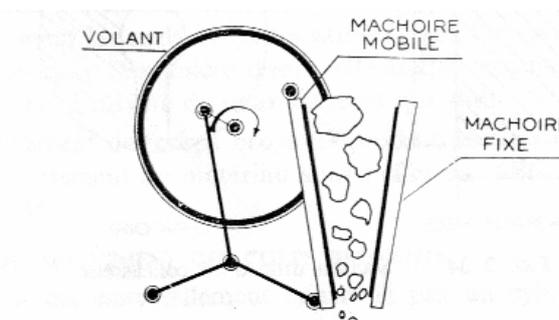


Figure 2.1 : Concasseur à mâchoires.

▪ Fragmentation fine

Si le domaine de la fragmentation fine est largement étendu sur le plan des granulométries, les technologies ont été pratiquement restreintes à un seul mode d'action consistant en la mise en oeuvre de forces d'impact. Les exemples se limitent préférentiellement à des matériaux tendres.

La consommation énergétique de la fragmentation fine est de 5 à 6 kWh/t pour le broyage grossier et peut atteindre 20 à 30 kWh/t pour le broyage fin. Ce dernier peut être assuré dans des broyeurs, constitués de tubes cylindriques ou cylindro-coniques tournant autour de leur axe horizontal et contenant des corps broyants libres, qui peuvent être des boulets, des barres ou d'autres formes en acier, en silex ou en céramique. Ils doivent être plus lourds et plus gros que les particules à broyer. Les principaux critères qui guident le choix des broyeurs sont:

- la qualité et la forme du produit à obtenir, conditionnée par les traitements physiques, chimiques ou métallurgique ultérieurs,
- les caractéristiques du matériau notamment granulométrie, dureté, plasticité, abrasivité.
- les impératifs de fonctionnement : capacité, fiabilité, coûts opératoire et d'investissement.

▪ Fragmentation ultra fine

Dans le domaine de l'ultra fine, les forces de frottement sont largement prépondérantes sur les autres forces, l'énergie réelle dépensée est comprise entre 100 à 1000 kWh/t [15].

2.3 Granulométrie et surface spécifique d'un ensemble de particules

Lors du broyage d'un matériau, on produit des fragments de toutes formes et de toutes dimensions, allant de quelques millimètres jusqu'aux poussières les plus fines. Il est essentiel de pouvoir caractériser l'état granulométrique de toute matière divisée. Pour ce faire, il convient préalablement de définir la dimension d'un ensemble de particules ou de déterminer pour les produits relativement fins la surface spécifique. Cette dernière mesure est une fonction directe de la granularité mais elle ne rend aucun compte de la distribution des dimensions.

2.3.1 Analyse granulométrique

La notion de dimension, déjà difficile à définir pour une particule isolée, est plus complexe encore pour un ensemble hétérogène de particules de toutes formes et de toutes dimensions. En répartissant les particules entre une série de fractions constituées chacune de grains de dimensions voisines qu'on définit le mieux les dimensions de l'ensemble. Le résultat de ces opérations permet d'établir son analyse granulométrique. L'analyse granulométrique consiste donc à diviser en fractions, la matière ou une partie adéquate de celle-ci constituant un échantillon considéré comme parfaitement représentatif. L'analyse granulométrique donne une répartition numérique ou pondérale suivant une succession d'intervalles dimensionnels, généralement standardisés, couvrant tout le domaine granulométrique. Les résultats des analyses granulométriques peuvent être figurés par des courbes sur des diagrammes proportion - dimension ou, plus souvent, proportion cumulée - dimensions. L'ouverture moyenne ou taille médiane, d_{50} , définie comme l'ouverture théorique du tamis qui laisserait passer juste 50% de la masse totale de produit est souvent utilisée pour caractériser la distribution de taille. Aussi, d'autres dimensions caractéristiques (d_{80} , d_{90}) peuvent être employées. Lorsque l'on désire de donner de l'importance à la surface des particules, on définit leur diamètre moyen par l'expression :

$$d_p = \frac{100}{\sum_{i=1}^n \frac{x_i}{d_i}} \quad (2.1)$$

x_i est le pourcentage massique de solide que laisse passer le tamis d'ouverture t_{i-1} et que retient le tamis d'ouverture t_i , et d_i est le diamètre moyen de cette fraction de population tel que :

$$d_i = \frac{t_{i-1} + t_i}{2} \quad (2.2)$$

On peut noter que d_p diffère assez sensiblement de d_{50} **[16]**.

2.3.2 Méthodes d'analyse granulométrique

- Tamisage

La répartition granulométrique d'un produit peut être obtenue par un tamisage. Il convient à cet effet de sélectionner un échantillon parfaitement caractéristique du produit à tester. Le tamisage permet le groupement en classes, indépendamment de la densité et de l'état de surface des particules, en fonction de la dimension des vides des tamis. Les grains passent à travers la toile d'un tamis si deux de leurs dimensions au moins sont inférieures aux dimensions des vides de ce tamis. Les tamis usuels de contrôle, dont le diamètre est fréquemment de 200 μm , permettent d'effectuer les tamisages dans une gamme de dimensions allant de quelques millimètres jusqu'à environ 40 microns. Le tamisage à sec est réalisé en plaçant une colonne de tamis, sur une tamiseuse automatique de fréquence et d'amplitude réglables dont les ouvertures des mailles carrées forment une série en progression géométrie de raison $\sqrt{2}$ ou $\sqrt[4]{2}$. Une série couramment utilisée est celle du constructeur américain Tyler dont le tamis de référence et celui d'ouverture 100 mesh, (74 μm). La quantité et le temps de tamisage requis pour les tests varient en fonction de la taille supérieure des particules, tout en évitant l'abrasion du produit.

- Diffraction laser

La mesure de la granulométrie par diffraction laser consiste à faire traverser l'échantillon du produit par un faisceau, de lumière monochromatique, émis par un laser (figure 2.2). La connaissance de la répartition de la lumière diffractée permet de déterminer la courbe granulométrique. Un faisceau laser de 18 mm de diamètre est obtenu en collimatant un faisceau issu d'un tube à gaz Hélium Néon. Ce faisceau est envoyé sur une cellule de mesure, à travers laquelle circulent les particules en suspension dans l'air. Cette suspension étant acheminée d'une cellule de dispersion, les particules diffractent la lumière selon un angle particulier. Une lentille de Fourier permet de ramener dans un plan optique unique chacune des sources diffractantes. L'image résultant de la diffraction d'un faisceau lumineux par des particules est un ensemble d'anneaux concentriques. La quantité de lumière déviée et l'importance de l'angle de déviation permettent de mesurer la taille des

particules. C'est la surface projetée de la particule qui entre en ligne de compte.

Ainsi, les particules de grosses tailles dévient des quantités importantes de lumière sur des angles faibles par rapport à l'axe de propagation; les petites particules au contraire dévient des quantités infimes de lumière mais sur des angles beaucoup plus larges. La mesure de la distribution angulaire de l'intensité diffractée permet de remonter à la répartition granulométrique. L'analyse de cette image est faite par un détecteur multi-éléments, comprenant 44 photodiodes en silicium représentant 45 classes granulométriques. La localisation du compteur éclairé donne des informations sur l'angle de diffraction. A partir de celles-ci, le calculateur, par un traitement mathématique, déduit la surface projetée des particules, donc leur dimension et leur nombre dans chaque classe granulométrique.

La gamme de tailles accessible s'étend de 0,05 à 900 μm . Classiquement, les résultats d'une analyse granulométrique se représentent sous forme d'un histogramme différentiel en portant en abscisse les limites des classes de taille et en ordonnée la fréquence de chaque classe.

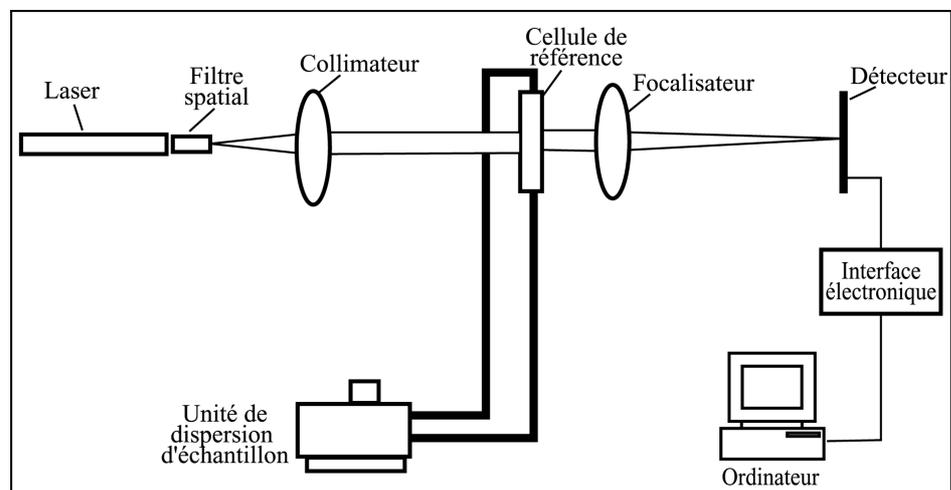


Figure 2.2 : Schéma de principe du granulomètre à laser.

- Autres méthodes

Le tamisage est la méthode la plus utilisée pour l'analyse granulométrique, cependant il existe d'autres méthodes qui peuvent être utilisées, parmi

lesquelles on peut citer la microscopie, la sédimentation, la centrifugation-elutriation, etc. ... [17].

2.3.3 Modèles de distribution granulométrique

Dès les premières études faites sur les problèmes de broyage, il fut nécessaire d'obtenir une représentation mathématique des dimensions de grains issus du broyage d'un matériau donné. Nous rappelons brièvement les principaux modèles de distribution granulométrique à deux paramètres.

- Loi de Gaudin-Schumann

$$y(x) = \left(\frac{x}{x_m} \right)^\alpha \quad (2.3)$$

Où x est la dimension des grains et $y(x)$ désigne la fraction pondérale des grains de la taille inférieure à x (pourcentage cumulatif passant x). Cette équation donne dans un plan (log-log), une droite dont α est la pente et x_m l'ouverture du tamis, extrapolée à partir de cette droite, pour laquelle on aurait 100% de passant.

La valeur de α caractérise la dispersion granulométrique du lot analysé (plus α est élevé, plus la distribution granulométrique est resserrée), x_m est souvent appelé le module ou la constante de la distribution granulométrique. Ces deux paramètres sont caractéristiques des conditions de broyage et de la nature du matériau [18].

- Loi de Rosin-Rammler

$$y(x) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{x}{x_0} \right)^n \right] \quad (2.4)$$

Cette équation représentée dans un plan ($\log(\log 1/(1-y))$, $\log(x/x_0)$) donne une droite de pente n . La valeur de x_0 est donnée par l'abscisse du point de la courbe d'ordonnée $y=1-1/e$ ($\approx 0,632$). Aux faibles granulométries, un développement de $y(x)$ au premier ordre donne :

$$y(x) = \left(\frac{x}{x_0} \right)^n \quad (2.5)$$

et montre, qu'aux basses granulométries, que la loi de Rosin-Rammler se comporte comme la loi de Gaudin-Schuhmann. La loi de Rosin-Rammler présente l'avantage de dilater le domaine des fortes granulométries et elle est mieux adaptée aux matériaux utilisés en cimenterie **[19]**.

- Loi de Gaudin-Meloy

$$y(x) = 1 - \left(1 - \frac{x}{x_0} \right)^r \quad (2.6)$$

Cette équation donne, dans un plan $[(\log (1-y), \log (1-x/x_0)]$ une droite de pente r . Ce paramètre est relié au nombre de fissures dans une particule de dimension x_0 , x_0 étant la première dimension de tamis pour laquelle on obtient 100% de passant

$(y = 1)$ **[20]**.

2.3.4 Surface spécifique et perméabilimètre de Blaine

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. Les opérations dites de broyage du matériau ont pour but d'accroître sa réactivité, par augmentation de sa surface spécifique et par création de défauts de cristaux en surface de grains. Le perméabilimètre de Blaine (figure 2.3) 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 Surface spécifique de Blaine est donnée par la relation :

$$SSB = K \frac{\sqrt{\varepsilon^3 t}}{\rho(1-\varepsilon)\sqrt{\eta a}} \quad (2.7)$$

ρ : masse volumique des grains (g/cm^3).

η_a : viscosité de l'air à la température d'essai (poise).

K : constante de l'appareil déterminée par étalonnage

t : temps d'écoulement entre deux repères.

ε : la porosité du lit définit par:

$$\varepsilon = 1 - \frac{m}{\rho Ah} \quad (2.8)$$

m : masse de la poudre (g)

A : section de lit de poudre (cm²).

H : hauteur de lit de poudre (cm).

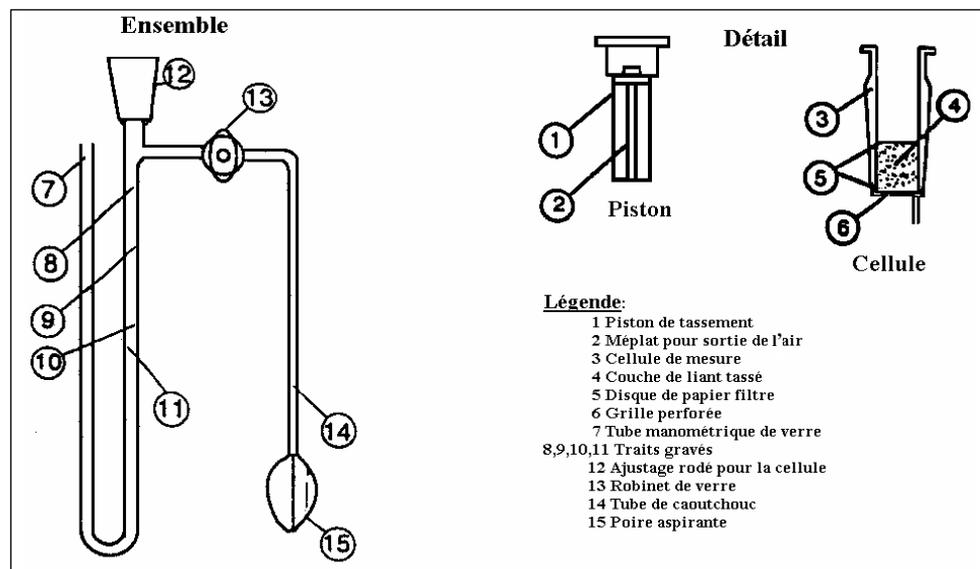


Figure 2.3 : Schéma du perméabilimètre de Blaine [2].

2.4 Procédé de broyage dans un broyeur à boulets

2.4.1 Description d'un broyeur à boulets

Les broyeurs à boulets, pouvant fonctionner en voie sèche et humide, ont largement fait leur preuve dans le domaine du broyage fin et très fin (de 3mm à 10 μ m). Ils ont fait l'objet de très nombreuses études, visant notamment à préciser l'influence des conditions opératoires sur les propriétés du produit fragmenté. Un broyeur à boulets est un cylindre à axe horizontal rempli partiellement de boulets (figure 2.4).

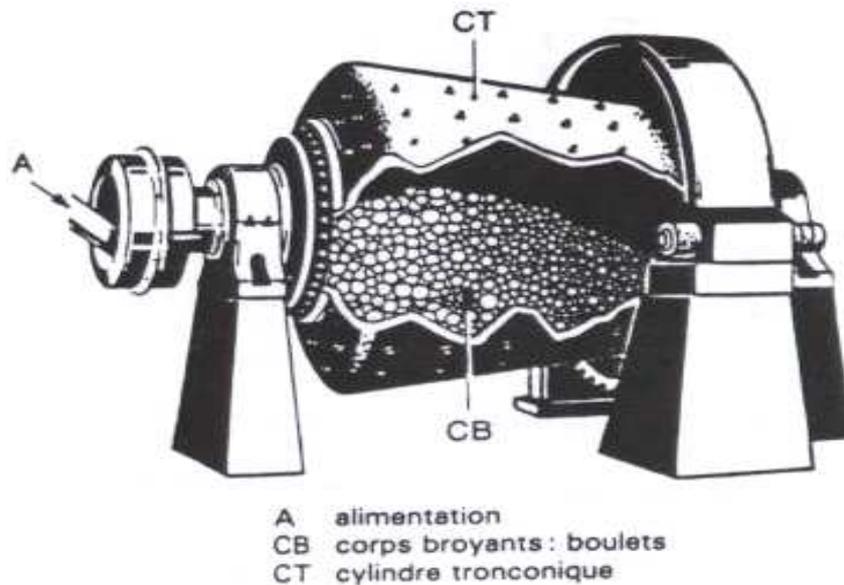


Figure 2.4 : Schéma d'un broyeur à boulets.

Le cylindre est entraîné en rotation autour de son axe provoquant ainsi le mouvement des boulets. Le lit formé par les boulets et la matière qui s'y trouve, mis en mouvement par la rotation du broyeur se détend, permettant ainsi à la matière de mieux combler les vides et d'accroître la surface totale de contact. La forme de la paroi interne du broyeur doit être telle qu'aucun glissement du lit ne soit possible, mais qu'au contraire tous les boulets soient mis en mouvement. A l'intérieur du lit se produit un mouvement de friction relatif entre la matière et les boulets, qui s'apparente à une abrasion des particules. Les différentes données de conception et d'utilisation du broyeur sont : la charge, la taille, la forme et la dureté des boulets, la forme de la paroi, le rapport entre la longueur et le diamètre du broyeur ($L/D \leq 2.5$), la vitesse de rotation et le taux de remplissage en matière. Ces données doivent permettre au mode de broyage de s'accomplir de la manière la plus efficace possible [16].

2.4.2 Paramètres opératoires d'un broyeur à boulets

- Vitesse de rotation

La vitesse de rotation, qui détermine, avec la forme et l'état des parois, la hauteur de relevage des boulets, s'exprime généralement en % de la vitesse critique, vitesse pour laquelle les boulets sont satellisés et ne retombent pas sur la matière. La vitesse critique (N_c) se calcule sur la base de l'égalité de la force centrifuge et le poids des boulets (figure 2.5), soit:

$$\frac{mv^2}{r} = mg \quad (2.9)$$

et
$$v = N \cdot 2 \cdot \Pi \cdot r = (rg)^{1/2} \quad (2.1)$$

Soit,
$$N_c = \frac{\sqrt{g}}{2\Pi\sqrt{r}} \quad (2.11)$$

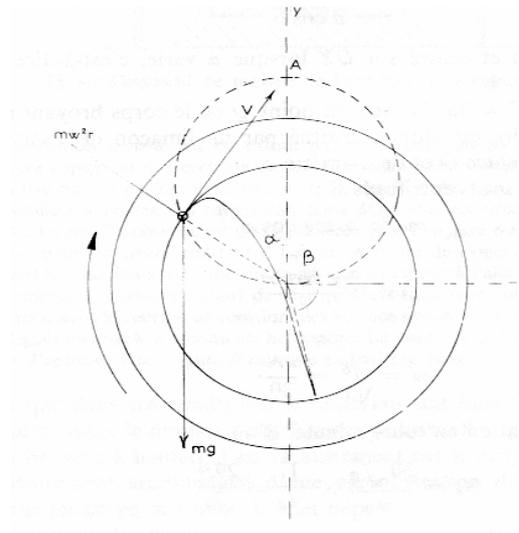
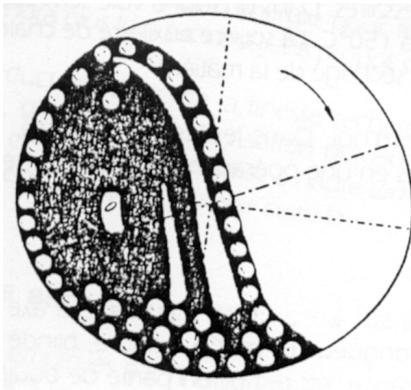


Figure 2.5 : Mode de fonctionnement d'un broyeur à boulets.

$$N_c = \frac{42,305}{\sqrt{D}} \quad (2.12)$$

D en (m) et N_c en révolutions par minute.

En tenant compte de la charge des boulets dans le broyeur, la vitesse de rotation peut s'écrire :

$$N_c = \frac{300}{\sqrt{\frac{1}{2}(D-d)}} \quad (2.13)$$

D et d étant respectivement les diamètres internes du broyeur et des boulets en (cm)

Les équations (2.12) et (2.13) sont applicables respectivement pour $D/d \leq 20$ et $D/d > 20$. Selon la vitesse de rotation des broyeurs on définit deux modes de marches:

- *marche en cascade*: Obtenue pour une vitesse lente, la charge prend un mouvement générale de rotation au tour d'une petite zone centrale presque immobile, les boulets s'élèvent en suivant des trajectoires pseudo circulaires et concentriques et redescendent en roulant les uns sur les autres. Ce type de marche ne permet pas de broyer des grains de dimensions supérieures à quelques millimètres.

- *marche en cataracte*: Obtenue pour une vitesse relativement plus élevée ; les boulets roulent et retombent les uns sur les autres en chute libre qui se termine au pied de la charge.

Cette marche convient au traitement des matériaux durs et produit le maximum de surfaces nouvelles, sous l'effet d'action multiples de compression, de cisaillement et d'impact. La vitesse de rotation optimale est généralement comprise entre 70 et 80% de la vitesse critique; elle est fonction du taux de charge des boulets et de la quantité de matière traitée.

▪ Charge broyante

Le principe fondamental, qui conditionne la qualité du travail de la charge, est son adaptation à la granulométrie du produit tout au long de la progression de ce dernier dans le broyeur. L'adaptation d'une taille de boulets à une granulométrie donnée se traduit par le taux spécifique de broyage (vitesse de disparition des particules) correspondant. Pour une taille de particule donnée, il existe une taille de boulet optimale : des boulets trop gros vont laisser la matière filer dans les vides, et les surfaces de contact boulets/matière seront réduites ; des boulets trop petits ne possèdent pas la force d'impact nécessaire, lors du mouvement, pour fracturer les particules de matière, et ne pourront générer qu'un lent mouvement d'abrasion de celles-ci.

▪ Taux de charge des boulets et de matière

La fraction du vide U entre les boulets, occupée par la matière peut être définie par l'équation suivante :

$$U = \frac{f_c}{0,4J} \quad (2.14)$$

f_c : la fraction du volume du broyeur occupée par la charge de matière ayant une porosité de 0,4

J : la fraction du volume du broyeur occupée par la charge des boulets ayant une porosité de 0,4

Ces auteurs ont réussi à situer les capacités optimales de broyage d'un certain nombre de matériaux dans les domaines $0,4 \leq J \leq 0,5$ et $0,6 \leq U \leq 1,1$ [16].

2.4.3 Modes de broyage

▪ Circuit ouvert

Dans un circuit de broyage ouvert (figure 2.6), le réglage de la finesse s'obtient par l'ajustement du débit d'alimentation.

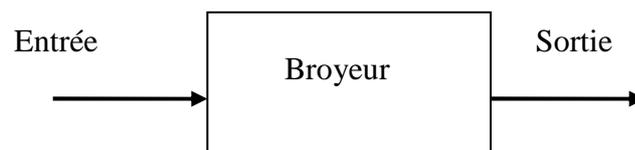


Figure 2.6: circuit ouvert de broyage.

▪ Circuit fermé

Le broyage en circuit fermé est le procédé le plus répandu, il permet de renvoyer à l'entrée du broyeur les particules insuffisamment broyées qui ont été collectées par un séparateur dynamique (figure 2.7). Le broyage en circuit fermé n'est pas supérieur au circuit ouvert lorsqu'il s'agit de broyer à une finesse moyenne comprise entre (2000- 3000 cm^2/g de Blaine) un matériau dur, homogène et de nature constante. Le broyage en circuit fermé

est plus avantageux lorsqu'il s'agit de broyer à une finesse plus élevée un matériau tendre, hétérogène ou variable. Les risques d'agglomération sont en effet moindres dans ce cas, le séparateur permet la sélection granulométrique du produit à la sortie du broyeur et évacue en conséquence les fines particules.

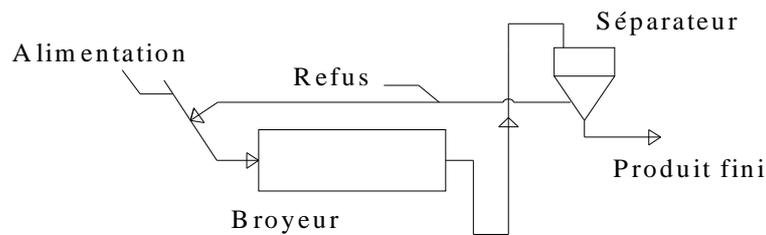


Figure 2.7 : Circuit fermé de broyage [21].

2.4.4 Dimensionnement des broyeurs à boulets

La méthode standard utilisée dans le dimensionnement des broyeurs à boulets est celle de Bond. Il corrèle ses résultats expérimentaux obtenus sur un protocole d'essai au laboratoire 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 :

$$E = Wi \left[\frac{10}{\sqrt{d_1}} - \frac{10}{\sqrt{d_2}} \right] \quad (2.15)$$

10 : la racine carrée de la dimension 100 μm

E : l'énergie spécifique de broyage

d_1 et d_2 sont les dimensions en (μm) 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.

Wi est une constante appelée indice énergétique (Work Index), déterminé expérimentalement par les essais de fragmentation au laboratoire. Le tableau 2.1 donne les valeurs moyennes de Wi pour quelques matériaux.

Tableau 2.1 : Work Index moyen de quelques matériaux [22]

Matériaux	Nombre d'essais	Densité moyenne	Wi (kWh/t)
Clinker	60	3.09	13.49
Calcaire	119	2.69	11.61
Gypse	5	2.69	8.16
Minerai de fer	8	3.96	15.44
Quartz	17	2.64	12.77
Argile	9	2.23	7.10
Coke	12	1.51	20.70

De plus, Bond propose pour le calcul de la puissance d'entraînement (kW) de ce type de broyeur l'équation empirique suivante :

$$P = 7,33 J N^* (1 - 0,937 J) \left[1 - \left(\frac{0,1}{2^{9-10N^*}} \right) \right] \rho_b L D^{2,3} \quad (2.16)$$

N* est le rapport N/Nc, L est la longueur du broyeur et ρ_b la densité des boulets

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

$$P = Q E \quad (2.17)$$

Seul l'indice énergétique de Bond s'est révélé d'un emploi pratique assez valable dans le cas des installations de broyage de clinker. Cependant, les marges d'incertitude au niveau du dimensionnement peuvent varier jusqu'à 50%. Afin de diminuer ces marges, Bond a proposé des coefficients multiplicateurs correctifs selon le mode de broyage, le type de circuit (ouvert

ou fermé), la taille du produit à l'alimentation, la finesse voulue, et le rapport de réduction taille finale / taille initiale [23].

2.5 Approche mathématique du procédé de broyage d'un matériau homogène

Le modèle cinétique du bilan de population est l'approche moderne de la modélisation du processus de fragmentation. Il consiste à introduire une fonction de sélection décrivant le taux de broyage des particules (pendant l'unité de temps), et une fonction décrivant la distribution du produit broyé dans les différentes tranches granulométriques inférieures [

2.5.1 Fonction de sélection

Considérons le broyage d'un matériau homogène portant sur une quantité de matière de masse $M(x, t)$ de grains, ayant une dimension donnée x à l'instant t , on admet que la variation de masse dM , pendant le temps dt , est proportionnelle à $M(x, t)$.

$$dM(x, t) = -S(x).M(x, t)dt \quad (I2.18)$$

$S(x)$ représente la fonction de sélection, sa dimension est celle de l'inverse du temps et sa valeur dépend de x . Elle est souvent appelée vitesse spécifique de broyage. Alors par analogie avec la cinétique chimique, le broyage est dit du premier ordre.

2.5.2 Fonction de broyage

Cette fonction, notée B dite aussi fonction de fragmentation est complémentaire de la fonction de sélection puisque, par unité de temps, elle indique quantitativement la répartition granulométrique obtenue après broyage de la fraction des grains de dimension initiale y .

On désigne habituellement par : $B(x, y)$ le pourcentage de grains de dimension y , qui donnent après broyage des grains de taille inférieure à x : $B(x, y)$ s'applique donc, par unité de temps, sur la fraction $S(y) M(y)$ des particules mères de dimension y .

Souvent on sera amené à considérer des tranches granulométriques, puisque l'on opère avec des tamis. On considère ainsi la masse M_i de particules appartenant à la tranche granulométrique i . On écrira alors en introduisant la forme discrétisée de la fonction de sélection :

$$dM_i = -S_i M_i dt \quad (2.18)$$

La fonction de sélection S_i , relative à la taille i , est la fraction massique de particules de classe i broyées pendant un instant dt .

La fonction de distribution de broyage $b_{i,j}$ est la fraction massique des particules de classe j dont le broyage a donné des particules plus fines de classe i .

$$b_{i,j} = \frac{dm_{i,j}}{dm_j} = \frac{dm_{i,j}}{S_j m_j dt} \quad (2.19)$$

La conservation de la masse dans les intervalles de taille inférieure à j donne :

$$\sum_{i=j+1}^n b_{i,j} = 1 \quad (2.20)$$

La fonction de broyage peut être écrite aussi sous forme cumulée si $B_{i,j}$ est la fraction massique cumulée de produit de taille inférieure à la borne supérieure de la classe i , qui résulte du broyage des particules de classe j alors :

$$b_{i,j} = B_{i,j} - B_{i+1,j} \quad (2.21)$$

2.5.3 Description mathématique du procédé de broyage discontinu en milieu sec

Pour un broyeur fonctionnant en mode discontinu, le broyage porte sur une quantité de matière parfaitement déterminée, qui a été introduite au temps

$t = 0$.

Gaudin et Meloy [20] proposent l'équation (2.22), exprimant que le pourcentage cumulé passant la taille x , au temps t , est égal à la valeur de ce pourcentage, au temps initial, augmenté des grains de taille inférieure à x qui proviennent du broyage des fractions plus grosses pendant le temps t du broyage, soit :

$$\frac{\partial M(x,t)}{\partial t} = -S(x)M(x) + \int_x^\infty S(y) \frac{\partial B(x,y)}{\partial x} M(y,t) dy \quad (2.22)$$

En raisonnant en termes de distribution discrète on aura :

$$\frac{dM_i}{dt} = -S_i M_i(t) + \sum_{\substack{j=1 \\ j \geq i}}^{i-1} S_j b_{i,j} M_j(t) \quad (2.23)$$

Le premier terme à droite de l'égalité exprime la perte en masse due à la fragmentation des particules de classe i , alors que le second exprime l'apport en masse dû à la fragmentation des particules des classes supérieures. Le bilan sur les n classes granulométriques est représenté sous forme matricielle par l'équation suivante :

$$\frac{d}{dt} [m(t)] = [(B - I)S] [m(t)] \quad (2.24)$$

Avec

$$B = \begin{bmatrix} 0 & & & & \\ b_{2,1} & 0 & & & \\ \cdot & \cdot & 0 & & \\ \cdot & \cdot & \cdot & 0 & \\ b_{n,1} & \cdot & \cdot & b_{n,n-1} & 0 \end{bmatrix} \quad (2.25)$$

Et

$$S = \begin{bmatrix} S_1 & 0 & \cdot & \cdot & 0 \\ 0 & S_2 & \cdot & 0 & \cdot \\ 0 & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & S_{N-1} & 0 \\ 0 & \cdot & \cdot & 0 & S_N \end{bmatrix} \quad (2.26)$$

I est la matrice identité, B la matrice de distribution de broyage, S la matrice de sélectivité et [m (t)] le vecteur exprimant les fractions massiques. Plusieurs auteurs ont cherché à développer des solutions de l'équation de broyage discontinu. La distribution granulométrique d'un produit, pendant un instant t, est obtenue soit par une solution analytique, soit par intégration numérique ou par calcul matriciel, selon le type de formulation utilisé. Nous ne présenterons ici que la solution analytique proposée par Reid [25] Cet auteur a développé une solution analytique en supposant que S et b ne varient pas avec le degré de broyage. Cette solution s'écrit comme suit :

$$m_1(t) = m_1(0) \exp(-s_1 t) \quad (2.27)$$

$$m_2(t) = \frac{b_{2,1} S_1 m_2(0)}{S_2 - S_1} \exp(-S_1 t) + \left[m_2(0) - \frac{b_{2,1} S_1 m_1(0)}{S_2 - S_1} \right] \exp(-S_2 t) \quad (2.28)$$

$$m_i(t) = \sum_{j=1}^i h_{i,j} \exp(-S_j t) \quad (2.29)$$

$$h_{i,j} = \begin{cases} 0 & \text{pour } i < j \\ m_i(0) - \sum_{k=1}^{i-1} h_{i,k} & \text{pour } i = j \\ \frac{1}{S_i - S_j} \sum_{k=j}^{i-1} S_k b_{i,k} h_{k,j} & \text{pour } i > j \end{cases} \quad (2.30)$$

L'équation (2.27) correspond à la fraction de taille la plus grossière, en particulier, la taille initiale des particules.

2.5.4 Détermination des fonctions de sélection et de broyage

L'utilisation des différentes solutions proposées nécessite la connaissance des valeurs des fonctions de sélection et de broyage. Ces valeurs dépendent de la nature du matériau, du type de la contrainte et de son intensité ainsi que des conditions opératoires. Si ces fonctions ont une forme simple, on peut

modéliser le processus de broyage. Lorsque le broyage est non linéaire, c'est-à-dire lorsque le processus de réduction de taille varie avec le temps, alors S est fonction du temps et la modélisation devient plus complexe.

La détermination des fonctions de sélection et de broyage nécessite une estimation de la quantité de matière, qui apparaît dans une classe par broyage des classes supérieures et celle qui disparaît par broyage de cette classe après une durée de broyage t. L'hypothèse, la plus utilisée dans la littérature, est celle de la normalisation des fonctions de broyage, qui permet de réduire considérablement le nombre de paramètres, puisqu'elle consiste à supposer que les éléments appartenant à une même diagonale de la matrice de broyage sont égaux. Cette hypothèse restreint donc le nombre d'inconnues de la distribution b_{ij} , chaque colonne de la matrice B se déduisant de la précédente par décalage d'une ligne, il suffit de connaître la première colonne.

$$B_{i,j} = b_{(i+k) \leq n, (j+k) \leq n} \quad (2.31)$$

Cette hypothèse revient à supposer que deux particules ayant des tailles différentes vont donner après broyage des distributions de taille relatives aux particules mères identiques; ceci ne peut être considéré comme une hypothèse générale.

Sur la base des travaux de Arbiter et Bharny [26], Herbst et Fuersteneau [27] constatent que la production des fines au-dessous d'une taille donnée k, peut être approchée par une cinétique d'ordre zéro. C'est-à-dire, la loi cinétique qui donne la variation du cumulé passant le tamis i en fonction du temps est constante.

$$\frac{dP_i}{dt} = F_i \quad (2.32)$$

F_i : étant la pente de la droite $P_i(t) = f(t)$

Cette équation, ne peut être valable évidemment que pour les temps courts (début de broyage) revient à linéariser la fonction $P_i(t)$ au voisinage de zéro.

Autrement dit, quelque soit la tranche mère considérée, le nombre de particules broyées, se retrouvent au-dessous du tamis i , est constant. Ainsi, on aura

$$B_{i,j} = \frac{F_i}{S_j} \quad (2.33)$$

Sur la base des valeurs expérimentales de S_1 et $B_{i,1}$ d'un certain nombre de matériaux et en supposant l'hypothèse de normalité vérifiée, ces auteurs (Herbst et Fuersteneau [28] proposent l'ajustement des paramètres cinétiques (S et B) par les équations suivantes :

$$B_{i,j} = \alpha_1 \left(\frac{X_i}{X_{j+1}} \right)^{\alpha_2} + (1 - \alpha_2) \left(\frac{X_i}{X_{j+1}} \right)^{\alpha_3} \quad (2.34)$$

$$S_i = S_1 \left(\sqrt{\frac{X_i X_{i+1}}{X_1 X_2}} \right)^{\xi} \quad (2.35)$$

α_1 , α_2 , α_3 et ξ sont des paramètres d'ajustement spécifiques pour chaque matériau.

Austin et Luckie [29] montrent que les valeurs de $B_{i,j}$, pour une fraction unique j d'un matériau donné, peuvent être estimées à partir d'une analyse de taille du produit (méthode BII) par l'équation :

$$B_{i,j} = \frac{\log\left[\frac{(1 - P_i(0))/(1 - P_i(t))}{(1 - P_{j+1}(0))/(1 - P_{j+1}(t))}\right]}{\log\left[\frac{(1 - P_{j+1}(0))/(1 - P_{j+1}(t))}{(1 - P_{j+1}(0))/(1 - P_{j+1}(t))}\right]} \quad (2.36)$$

$P_i(t)$ est la fraction massique du cumulé passant le tamis i au temps t .

De même, en vérifiant l'hypothèse de normalité pour quelques matériaux, ils proposent pour $B_{i,j}$ l'équation empirique suivante :

$$B_{i,j} = \phi \left(\frac{X_{i-1}}{X_j} \right)^{\gamma} + (1 - \phi) \left(\frac{X_{i-1}}{X_j} \right)^{\beta} \quad (2.37)$$

β, γ et ϕ définissent les paramètres cinétiques du matériau broyé.

La fonction de sélection de la taille des particules, est ajustée par une équation de type cinétique du premier ordre :

$$S_i = a \left(\frac{x_i}{x_0} \right)^\alpha \quad (2.38)$$

x_0 est la dimension standard de 1mm ; a la constante cinétique du 1^{er} ordre.

Par ailleurs, les dépendances entre les paramètres cinétiques de broyage (S_i et b_{ij}) et les conditions opératoires (la charge des boulets, la vitesse de rotation, la charge de la matière, la taille des boulets et le diamètre du broyeur) faisant l'objet de plusieurs études sont résumées par Austin et al [30]. Elles doivent être décrites dans la structure du modèle du bilan de population.

2.6 Synthèse bibliographique sur la cinétique de broyage d'un mélange de matériaux

La cinétique du modèle de bilan de population présentée ci-dessus reste restreinte au broyage d'un matériau homogène. La synthèse bibliographique que nous présentons ci-après est consacrée aux travaux relatifs à l'analyse du broyage hétérogène d'un mélange de matériaux par cette approche cinétique.

La réduction de taille du mélange quartz –calcaire a été étudiée par Fuerstenau et Sullivan [31] L'analyse des produits broyés indique que le quartz et le calcaire consomment pendant le broyage une énergie proportionnelle à leur fraction massique dans le mélange. Ces auteurs montrent que l'on peut considérer l'opération fondamentale du broyage comme le résultat de plusieurs étapes individuelles et que le module de distribution d'un solide broyé est une propriété de cette substance. Ils proposent ainsi l'équation (II.39) qui permet d'évaluer l'énergie nette consommée par chacun des composants du mélange.

$$E_1 = m_1 c_1 X_{m_1}^{-\alpha_1} = \frac{m_1 / \rho_1}{\left(m_1 / \rho_1 + m_2 / \rho_2 \right)} E \quad (2.39)$$

E : Energie totale utilisée

E_1 : Energie consommé par le composant 1

m_1 : Fraction massique du composé 1

C et α : Paramètres de distribution granulométrique Gaudin Schumann.

Des expériences de broyage sec dans un broyeur à boulets pour des mélanges binaires de calcite, d'hématite et du quartz sont effectuées par Fuerstenau et Venkataraman [32] Leurs résultats montrent que la fonction de sélection de chaque matériau est indépendante du temps, mais dépendante de l'environnement de broyage. Les fonctions de distribution de broyage des différents matériaux sont identiques, indépendants de l'environnement du broyage. L'équation (II.39) précédente a été employée pour évaluer l'énergie nette consommée par chacun des composants du mélange.

Fuerstenau et Abouzid [33] étudient le broyage sec du mélange dolomite-hématite. Les résultats de ces auteurs montrent que l'énergie spécifique dépensée dans le broyage dépend de la composition du mélange et peut s'écrire sous la forme :

$$E = m_1 c_1 X_{m_1}^{-\alpha_1} + m_2 c_2 X_{m_2}^{-\alpha_2} \quad (2.40)$$

Plus proche de la réalité industrielle, Sohoni et al [34]. Ont effectué le broyage d'un lot de clinker, composé de différentes tailles dans un broyeur à boulets à deux compartiments. 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 m² / kg.

Des expériences de broyage d'un mélange binaire de matériaux de différentes duretés, effectuées par Yan et Eaton [35] montrent que le Work index du mélange n'est pas égal à la moyenne pondérée du Work index des deux matériaux. La broyabilité du matériau dur contrôle celle du mélange. D'autre part, l'analyse qualitative de la cinétique de broyage du mélange

montre qu'il existe une interaction entre les deux constituants, en conséquence leurs paramètres cinétiques de broyage (fonction de sélection et de broyage) sont affectés par l'environnement de broyage. Les propriétés de broyage du matériau dur semblent avoir une plus grande influence sur la cinétique du mélange. Aussi, lors des expériences de broyage du mélange clinker - trass dans un broyeur à boulets, Hosten et Avsar [36] constatent que la cinétique de broyage est influencée par l'environnement de la charge et la broyabilité du mélange n'est pas égale à la moyenne des broyabilités des deux matériaux.

Des mélanges ternaires de quartz de kaolin et du feldspath de densités presque égales ont été broyés dans un broyeur à boulets de laboratoire (Hosten et al, [37]. Les résultats montrent que l'équation (2.40) peut être aussi applicable à ce mélange ternaire. De plus, les paramètres α et X de la distribution de taille de particules Gaudin Schumann, des différents matériaux broyés dans cet environnement, restent inchangés par rapport à leur broyage individuel. Ces auteurs étudient aussi la cinétique de broyage des mélanges binaires quartz- kaolin, quartz- feldspath et feldspath – kaolin. Les paramètres cinétiques de broyage spécifiques à ces mélanges (fonctions de sélection et de broyage) sont déterminés. Les distributions granulométriques calculées par le modèle du bilan de population sont proches de celles mesurées expérimentalement.

2.7 CONCLUSION

Le modèle du broyeur à boulets inspiré de l'approche de Bond est relativement limité dans la justesse de sa prédiction, du fait que la "granulométrie" a été longtemps assimilée à une taille caractéristique d'un lot de particules. Le traitement mathématique de l'ensemble de la distribution granulométrique est apparu en réalité avec l'apparition du modèle cinétique qui constitue actuellement pour le broyage homogène une procédure d'extrapolation pour la conception de ces installations dans l'industrie minérale. Si ce modèle cinétique est capable même de décrire les distributions granulométriques en fonction des dimensions et conditions opératoires du broyeur, il n'a pas intrinsèquement vocation à décrire leurs évolutions en fonction de l'environnement hétérogène du matériau broyé.

L'analyse de la cinétique du broyage hétérogène rapportée par la littérature montre que les connaissances scientifiques en ce domaine sont encore insuffisantes et la cinétique du bilan de population se concentre uniquement au mélange binaire, considéré comme un matériau homogène spécifique.

En réalité industrielle, la farine crue à ciment est produite par le broyage d'un mélange constitué de trois ou quatre constituants de matières premières. En conséquence et afin de répondre à cette insuffisance, l'étude expérimentale que nous effectuerons visera à analyser la cinétique de broyage de ce mélange dans un broyeur à boulets de laboratoire. En outre, les corrélations entre cette cinétique de broyage et les aptitudes de la farine crue à l'homogénéisation et à la clinkérisation seront mises en évidence.

CHAPITRE 3

MATERIELS UTILISES ET METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

3.1 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, la préparation et le dosage des mélanges crus, leur broyage et enfin l'homogénéisation et la clinkérisation de la farine crue.

3.2 2 Caractérisation des matières premières

Les matières premières utilisées sont celles qui constituent le mélange cru à ciment de l'unité de Meftah. Le calcaire est exploité en carrière de l'unité par abattage à l'explosif. Par contre l'argile est acheminée de son gisement, proche de l'unité par camion à bennes. Quant au sable, le minerai fer et le tuf sont fournis par la carrière de Bousseada et Ain melila.

3.2.1 Tamisage

Le tamisage des matières premières brutes est effectué dans un Tamiseur du laboratoire durant 15 min sur une colonne de tamis de diamètre 20 cm permettant de réaliser le tamisage suivant une progression géométrique de raison $\sqrt{2}$ entre 3,15 et 0,09 mm. Afin d'éviter l'abrasion du produit, la fréquence est fixée à 5 Hz pour le minerai de fer, et 8 Hz pour les autres matériaux. Les résultats de tamisage sont donnés aux tableaux (3.1- 3.5). Les coupes granulométriques [3,15 - 2] mm; [1,6 – 0,63] mm; [0,5 – 0,4] mm et [0,31-0,2] mm de chaque matériau, sélectionnées pour cette étude sont isolées par tamisage en quantité suffisante.

Tableau 3.1 : Analyse granulométrique du calcaire

Ouverture tamis (mm)	3,15	2	1,6	0,63	0,50	0,40	0,31	0,20	0,125	0,09	<0,09
Fraction massique retenue	-	11,87	42,96	11,02	20,23	7,65	3,73	2,46	0,39	0.03	0

Tableau 3.2 : Analyse granulométrique de l'argile

Ouverture tamis (mm)	3,15	2	1,6	0,63	0,50	0,40	0,31	0,20	0,125	0,09	<0,09
Fraction massique retenue %	-	24,94	11,70	49,01	0,96	3,65	2,64	3,02	4,11	0,08	0

Tableau 3.3 : Analyse granulométrique du minerai de fer

Ouverture tamis (mm)	3,15	2	1,6	0,63	0,50	0,40	0,31	0,20	0,125	0,09	<0,09
Fraction massique retenue	-	1,06	9,91	59,12	11,39	4,23	4,90	3,03	5,21	0,04	0

Tableau 3.4 : Analyse granulométrique du sable

Ouverture tamis (mm)	3,15	2	1,6	0,63	0,50	0,40	0,31	0,20	0,125	0,09	<0,09
Fraction massique retenue	-	9,87	19,12	51,81	4,20	2,93	1,90	8,05	2,03	0,09	0

Tableau 3.5 : Analyse granulométrique du tuf

Ouverture tamis (mm)	3,15	2	1,6	0,63	0,50	0,40	0,31	0,20	0,125	0,09	<0,09
Fraction massique retenue	-	9,80	42,96	26,23	5,08	4,05	3,73	2,46	3,60	1,07	0,09

3.2.2 Séchage

Afin d'éviter le phénomène de bourrage lors du procédé de broyage, les différentes coupes granulométriques sont séchées dans une étuve à une température de 105 °C pendant 24 h.. Le taux d'humidité contenu dans ces matériaux est donné par le tableau 3.6. L'argile est relativement humide par rapport aux autres matériaux

Tableau 3.6 : Humidité des matériaux

Matières premières	Calcaire	Argile	Minerai de fer	Sable	tuf
Humidité (%)	6	10	7	7	8

3.2.3. Analyse minéralogique

L'analyse minéralogique des différents matériaux est effectuée par diffraction aux rayons X, au centre d'études et de services technologiques de l'industrie des matériaux de construction de Boumerdes (CETIM). Le diffractomètre utilisé est de type " X' PERT PRO MPD".

Les résultats de cette analyse sont représentés en figures III.1-III.3. Ils montrent que le calcaire est pratiquement une calcite pure (96 % de calcite). Le tuf se compose principalement de Quartz (31.5 %), de Feldspath (25 %) et de Montmorillonite (15 %). Quant à l'argile, elle est assez riche en Quartz (55 et 70%).

3.2.4 Analyse chimique

La quantité de chaque matière première passant le tamis d'ouverture 90 µm, est prise comme échantillon pour l'analyse chimique. Les analyses effectuées sont :

- la perte au feu (PAF)
- le dosage de la silice (SiO_2).
- le dosage des différents oxydes (CaO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO)

Nous donnons au tableau III.7 les résultats de l'analyse chimique des différentes matières premières et nous renvoyons en annexe le mode opératoire de ces analyses.

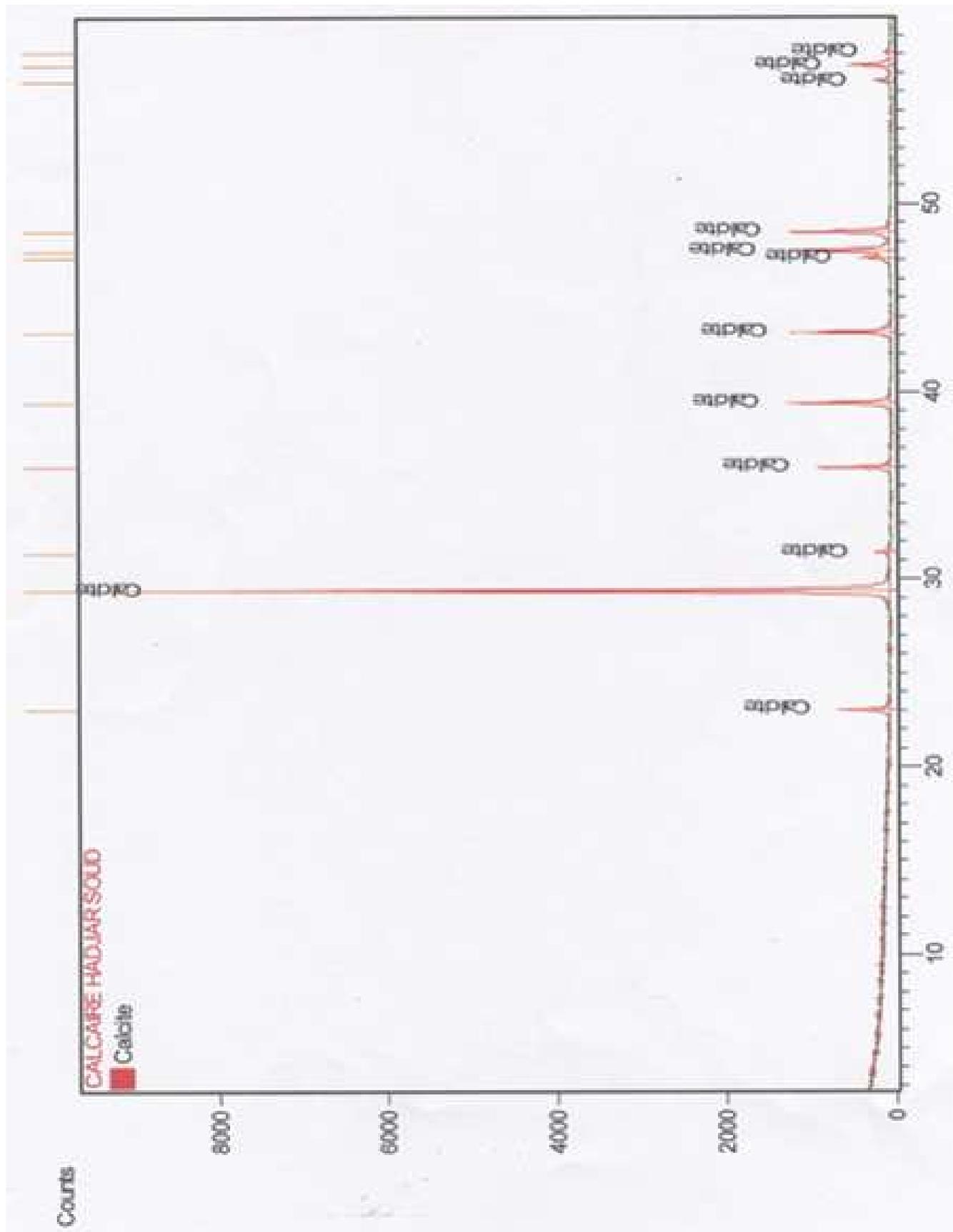


Figure 3.1 : Analyse minéralogique du Calcaire.

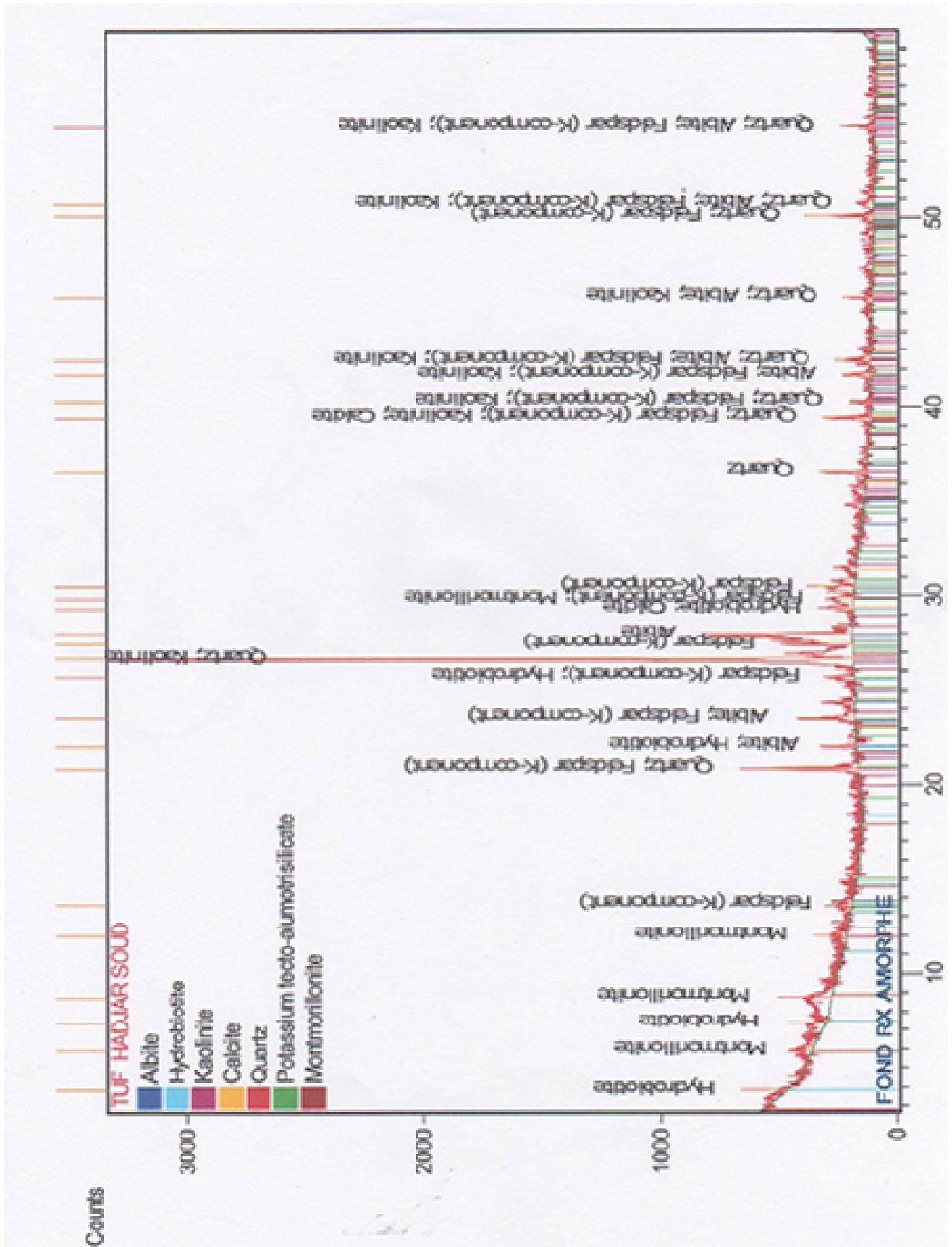


Figure 3.2 : Analyse minéralogique du Tuf.

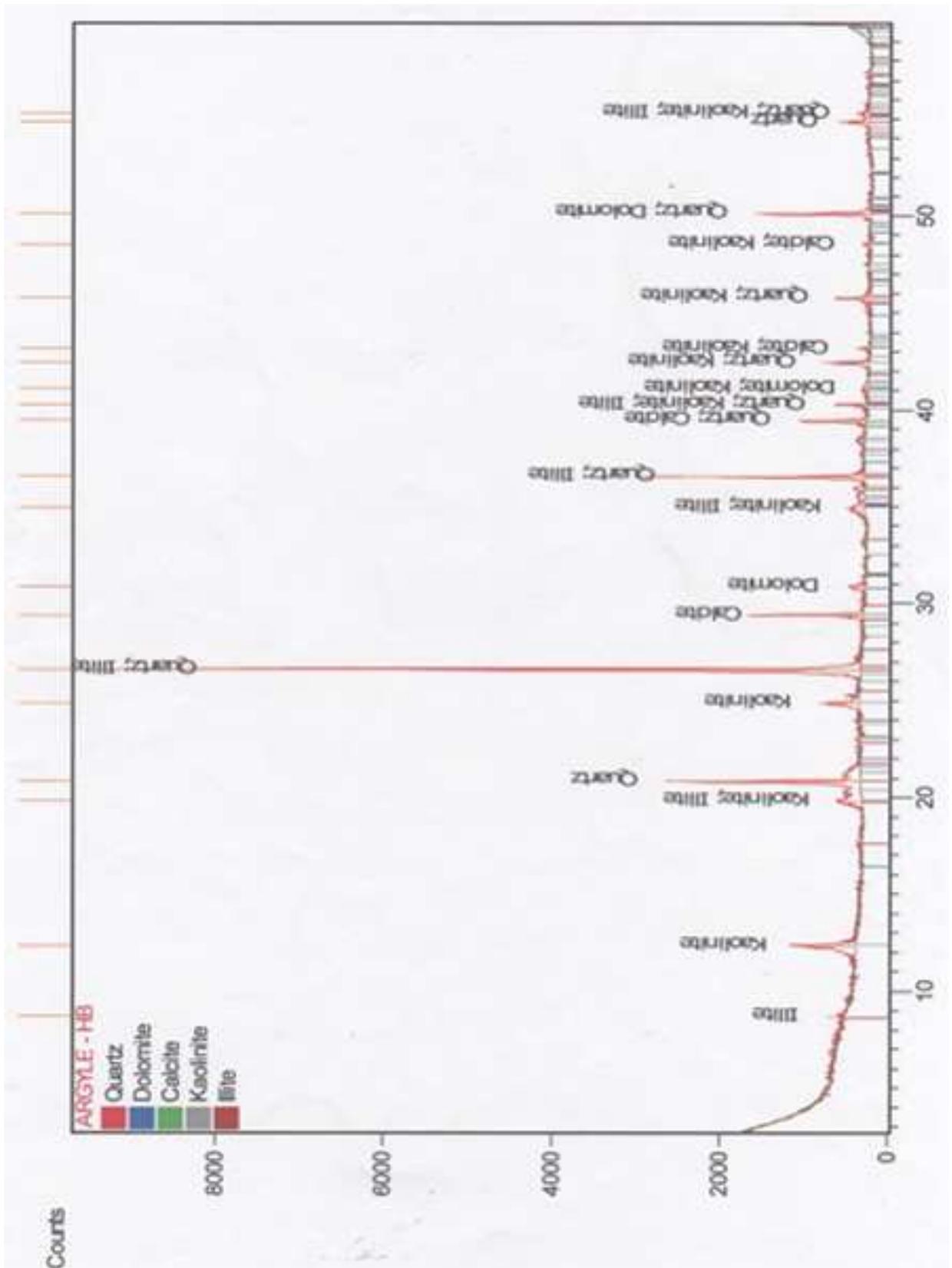


Figure 3.3 : Analyse minéralogique de l'Argile.

Tableau 3.7 : Analyse chimique des matières premières

	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	CaO %	MgO %	PAF %
Calcaire	2,42	1,21	0,36	53,22	0,56	41,97
Argile	49,67	14,59	7,05	11,18	2,84	14,27
Minerai de fer	20,50	4,73	45,96	12,70	1,72	13,00
Sable	88,42	1,51	1,04	3,40	0,32	4,62
Tuf	52,62	12,69	3,37	21,66	2,51	5,20

Le calcaire est d'une pureté presque totale, il présente une teneur en chaux de 53,22 %. L'argile et le tuf ayant pour but d'apporter le supplément en silice, alumine et fer, sont de bonne qualité. Le sable présente une teneur en silice de 88.42% et le minerai de fer avec un pourcentage en Fe₂O₃ de 45.96%, apporte un complément de silice (20.50%) et de chaux (12.70%).

3.3 Dosage du mélange cru des matières premières

La composition chimique du mélange cru pour l'obtention d'un clinker de qualité, se base sur la composition des principaux oxydes contenus dans les matières premières avec des valeurs désirées du module de la chaux (MH), et les modules silicique (MS) et aluminoferrique (MAF). Ces modules sont exprimés par les équations III.1-III.3.

$$M_H = \frac{C_m}{S_m + A_m + F_m} \quad (3.1)$$

$$M_{AF} = \frac{A_m}{F_m} \quad (3.2)$$

$$M_S = \frac{S_m}{A_m + F_m} \quad (3.3)$$

En multipliant les parts des matières premières par leurs teneurs en oxydes, exprimées au tableau III.8, les équations ci-dessus s'écriront alors:

$$M_H = \frac{C_1 + xC_2 + yC_3 + zC_4 + tC_5}{S_1 + xS_2 + yS_3 + zS_4 + A_1 + xA_2 + yA_3 + zA_4 + F_1 + xF_2 + yF_3 + zF_4 + tF_5} \quad (3.4)$$

$$M_{AF} = \frac{A_1 + xA_2 + yA_3 + zA_4 + tA_5}{F_1 + xF_2 + yF_3 + zF_4 + tF_5} \quad (3.5)$$

$$M_S = \frac{S_1 + xS_2 + yS_3 + zS_4 + tS_5}{A_1 + xA_2 + yA_3 + zA_4 + F_1 + xF_2 + yF_3 + zF_4 + tF_5} \quad (3.6)$$

Le calcul détermine les parts x de l'argile, y du sable, z du minerai de fer et t du tuf qui avec une partie de calcaire, donneront un mélange cru.

Tableau 3.8 : Abréviations et indices des oxydes et des matières premières

Eléments	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
Calcaire	S ₁	C ₁	F ₁	A ₁
Argile	S ₂	C ₂	F ₂	A ₂
Sable	S ₃	C ₃	F ₃	A ₃
M de fer	S ₄	C ₄	F ₄	A ₄
Tuf	S ₅	C ₅	F ₅	A ₅

En imputant aux modules MH, MS et MAF des valeurs de 0,96, 2,5 et 1,73 (valeurs fréquemment utilisées par l'unité de Meftah), trois différents mélanges crus sont préparés pour les expériences de broyage (tableau 3.9).

Tableau 3.9 : Composition massique des mélanges crus

	Calcaire	Argile	Minerai de fer	Sable	Tuf
	%	%	%	%	%
Mélange binaire	80	20	-	-	-
Mélange ternaire	80	-	4	-	16
Mélange quaternaire	80	14	2	4	-

3.4 Cinétiques de broyage

3.4.1 Dispositif et conditions opératoires de broyage

Le dispositif expérimental utilisé pour notre étude est représenté en figure (3.4). Le broyeur à boulets est une cuve cylindrique en céramique, de diamètre interne 17,15 cm et de longueur 21 cm, il permet d'effectuer un broyage en mode discontinu. A l'aide d'une unité d'entraînement comprenant un moteur asynchrone triphasé, la cuve est mise en rotation à une vitesse de 70 tours/min, représentant 70% par rapport à la vitesse critique. On rappelle que la fragmentation du matériau introduit dans la cuve s'effectue sous l'effet des chocs et des frottements entre les boulets et la matière.



Figure 3.4 : Dispositif expérimental du broyage.

Les boulets utilisés sont en céramique de diamètres 25 ou 45 mm. En considérant une porosité de 0,4 pour le lit de boulets et de matière, les taux de charge des boulets (J) et de la matière (U), exprimés par l'équation (2.14) sont fixés à $J=0.2$ et $U=1$.

Tableau 3.10 : Composition de la charge des boulets

\varnothing Boulets (mm)	25	45
Nombre	71	12

3.4.2 Détermination des paramètres cinétiques

En fixant les conditions opératoires définies, la cuve de broyage en position verticale est remplie par la charge correspondante de boulets. La masse nécessaire de matière appartenant à l'une des classes granulométriques sélectionnée ([3,15 - 2] mm; [1,6 – 0,63] mm; [0,5 – 0,4] mm et [0,31-0,2]) est alors introduite dans le broyeur, la jarre est ensuite fermée et mise en rotation. La charge de matière introduite dans le broyeur est soit un matériau homogène (calcaire, sable, minerai de fer, argile), soit un mélange hétérogène (mélange crus I, II, III). La matière est mélangée avec la charge des boulets. Les boulets sont entraînés par la paroi ; ils tombent et roulent soumettant le produit à des contraintes de compression et de cisaillement. A intervalle de temps régulier, (0, 1, 2, 4, 6, 8,10 min), le broyeur est arrêté pour permettre la récupération de la charge des boulets et de la matière. Les boulets sont alors nettoyés un par un et remis dans le broyeur. La charge de matière récupérée est analysée par tamisage, pour permettre de déterminer leurs paramètres cinétiques (fonctions de sélection et de broyage).

3.5 Influence de la cinétique de broyage sur l'homogénéisation et la cuisson de la farine crue

3.5.1 Analyse granulométrique de la farine crue

Afin de mettre en évidence l'effet des paramètres cinétiques de broyage sur l'aptitude à l'homogénéisation et à la cuisson de la farine crue, d'autres expériences sont réalisées avec une cuve de broyage de volume 8 litres, remplie par des boulets de diamètre 45 mm. Après un certain temps court de broyage ($t=15\text{min}$) du mélange cru III, le produit passant le tamis 200 μm est récupérée et pris comme échantillon de farine. Les farines produites par le broyage des quatre classes granulométriques sélectionnées sont analysées par un granulomètre à diffraction laser de type Malvern Mastersizer S.

3.5.2 Influence exercée sur l'homogénéisation

Les farines crues subissent le processus d'homogénéisation dans un mélangeur rotatif. Le mélangeur est à cuve tournante dont le mouvement est lié au renversement de la cuve par rotation de deux axes en sens opposé (figure 3.5). Le mouvement induit est assez chaotique et les expériences ont

pour but de vérifier qu'il permet l'homogénéité du mélange cru pour lesquelles une agitation par convection et cisaillement due à un mobile rotatif est plus classiquement choisie. L'analyse de l'intensité de ségrégation est effectuée à différents temps d'agitation pour une vitesse de rotation fixe de 10 tours/min pour un temps correspondant à 10 révolutions.



Figure 3.5 : Mélangeur rotatif.

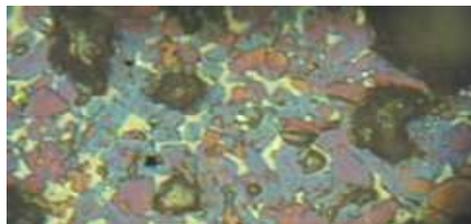
On introduit dans la cuve cylindrique d'une contenance de 2 litres, 400g de farine crue, le taux de remplissage de la cuve étant de 40 %. Après un temps donné d'agitation dans le système, la farine contenue dans le mélangeur est déversée puis échantillonnée. L'échelle d'observation choisie est 2 g, une masse classique utilisée en contrôle cimentier. Quatre échantillons sont prélevés au hasard. Chaque échantillon est ensuite analysé afin de déterminer les teneurs des oxydes (CaO , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SiO_2).

3.5.3 Influence exercée sur la cuisson

L'avancement des réactions de clinkérisation de la farine est suivi au laboratoire par la diminution de la teneur en chaux libre (cinétique de cuisson) en fonction de l'élévation de température jusqu'à plus de 1400 °C sur une pastille de porosité constante. L'échantillon homogénéisé est introduit dans le four de cuisson du laboratoire sous forme de pastille dans un creuset en platine. Il est porté à différentes températures suivant le palier de cuisson suivant :

1100°C pendant 5 min, 1200°C pendant 10 min, 1300°C pendant 15 min, 1400°C pendant 20 min, 1450°C pendant 30 min. Le creuset est enfin refroidi par une trempe à l'air ambiant et le clinker obtenu est recueilli pour le broyer et l'analyser. Le principe du dosage de la chaux libre est donné en annexe. La figure (3.6) donne une analyse qualitative des phases minérales d'un clinker produit, effectuée par un microscope électronique.

On remarque avec un agrandissement (Gx16) que les cristaux de C₃S en bleu, occupent la totalité de l'image alors que les formes arrondies de C₂S en marron baignent dans la phase liquide. Avec un agrandissement (Gx40) très poussé, un mélange des deux phases liquides de C₃A et C₄AF apparaisse clairement. On remarque aussi pour l'agrandissement (G x 8) que la phase interstitielle, de couleur jaune forme la chaux libre non combiné.



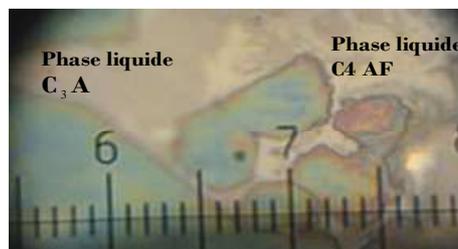
Ph 01

G x 8



Ph 02

G x 16



Ph 03

G x 40

« Section de Clinker »

Figure 3.4 : Vue microscopique d'un clinker portland.

3.6 CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons décrit la méthodologie expérimentale et le matériel utilisé pour la préparation, le broyage, l'homogénéisation et la clinkérisation des mélanges crus. Les résultats de notre étude seront présentés et interprétés dans le chapitre suivant.

CHAPITRE 4

DETERMINATION DE LA CINÉTIQUE DU BROYAGE DU MÉLANGE DES MATIÈRES PREMIÈRES

4.1 Introduction

Le but de ce chapitre est d'approcher à l'échelle de laboratoire la cinétique de broyage du calcaire de l'argile du sable du minerai de fer et du tuf, qui constituent les matières premières de la cimenterie de Meftah. Deux opérations différentes de broyage sont effectuées ; le broyage séparé et le co-broyage de ces matériaux. Afin de vérifier la validité du modèle du bilan de population pour ces processus de broyage, les distributions de taille de particules calculées sont comparées par rapport à celles mesurées expérimentalement.

4.2 Broyage homogène

4.2.1 Détermination de la fonction de sélection et de broyage

L'approche actuelle de la cinétique de broyage repose sur deux notions importantes: la fonction de sélection et la fonction de broyage. On considère qu'une distribution de taille est donnée par un ensemble d'intervalles granulométriques numériques de 1 à n. 1 étant la classe des grosses particules et n la classe des fines.

4.2.1.1 Fonction de sélection

La fonction de sélection S_i est la fraction massique de particules de classe i broyées pendant un instant dt .

$$dM_i = - S_i M_i dt \quad (4.1)$$

Les résultats obtenus pour le broyage des matériaux (calcaire, argile, sable, minerai de fer et tuf) pour les différentes tailles de boulets (25 et 45 mm) sont représentés en figures (4.1-4.5). Quelque soit la taille initiale choisie des particules et du diamètre de boulets utilisé, la disparition de la taille mère des particules diminue linéairement au début de broyage, puis son évolution prend un ralentissement. Les résultats sont similaires pour les cinq matériaux

utilisés. Ainsi, au début de broyage, la cinétique par analogie avec la cinétique chimique est dite de premier ordre, ensuite on constate une déviation due à l'effet de ralentissement du processus, ce ralentissement provoquée par l'accumulation des fines particules qui peuvent conduire à des forces de Van der Waals très importantes et ralentir en conséquence le processus du broyage. Ces résultats confortent ceux de Austin et Bahtia [38], Herbst et Fuersteneau [27]. Ces auteurs montrent que le modèle du bilan de population reste applicable uniquement pour les premiers instants de broyage. Le début de ralentissement de la cinétique diffère d'un matériau à l'autre. Ceci est dû à la différence de broyabilité de ces matériaux. Comme indiqué au tableau (2.1), la broyabilité du minerai de fer (15.44 kWh/t) reste plus grande que celle du sable (12,77 kWh/t), du calcaire (11,61 kWh/t), et du tuf (10.89 kWh/t). L'argile ayant une faible broyabilité (7,10 kWh/t), ce ralentissement débute après 4mn de broyage.

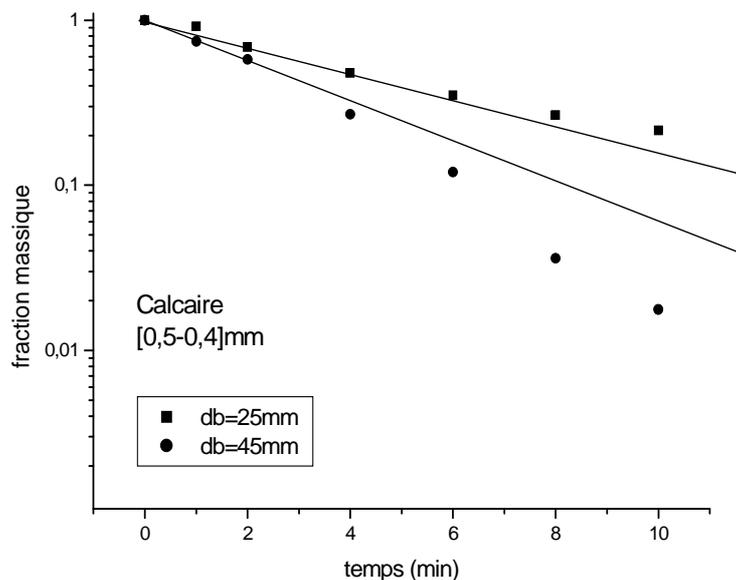


Figure 4.1 : cinétique de broyage du calcaire

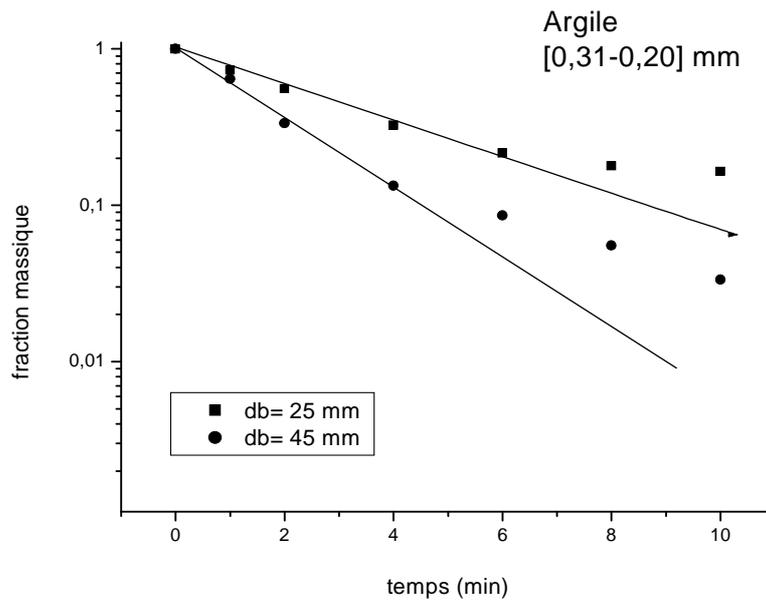


Figure 4.2 : cinétique de broyage de l'argile

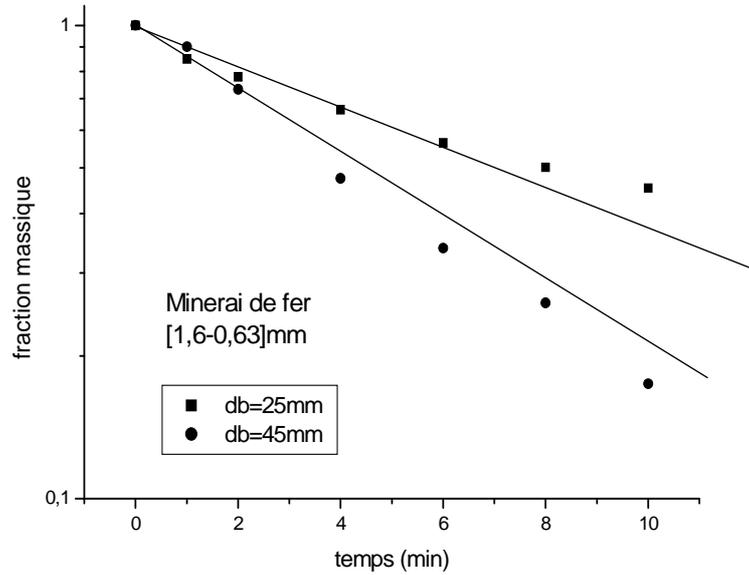


Figure 4.3 : cinétique de broyage du minerai de fer

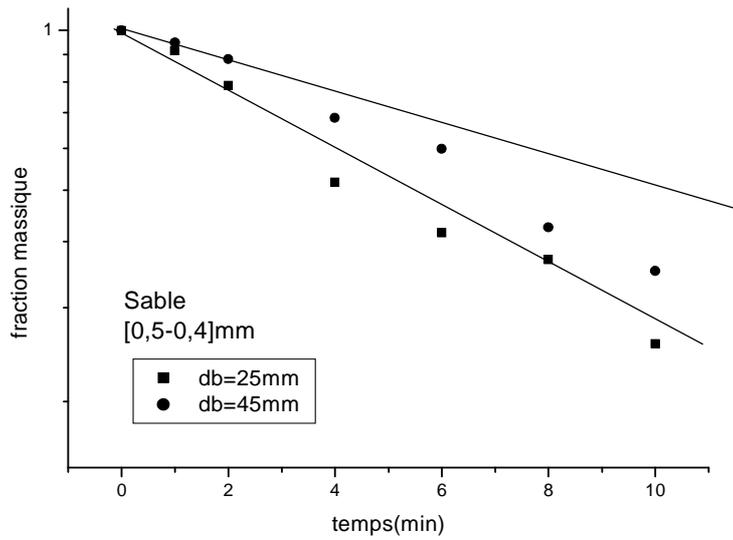


Figure 4.4 : cinétique de broyage de sable

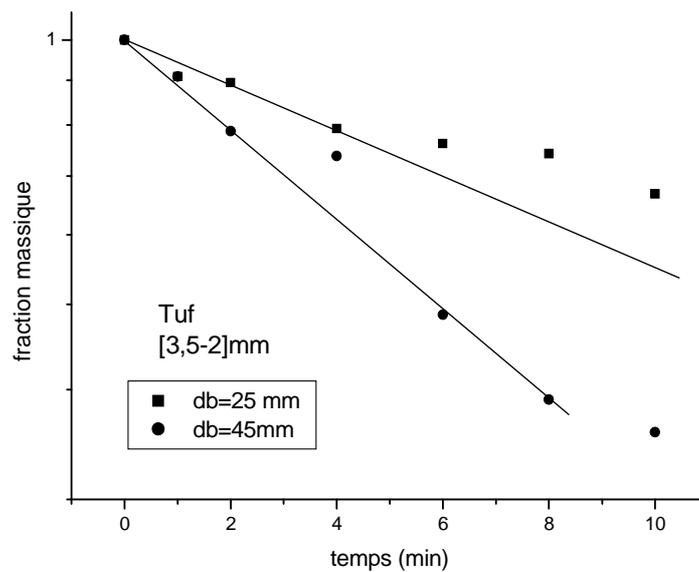


Figure 4.5 : cinétique de broyage de tuf

4.2.1.2 Influence de la taille initiale des particules

La disparition de la taille initiale des particules en fonction du temps, représentée en figures ci-dessus, permet ainsi de déterminer la fonction spécifique de sélection. Les courbes suivantes donnent la variation de la

fonction spécifique de sélection en fonction de la taille de particules (taille moyenne arithmétique) pour les différents diamètres de boulets.

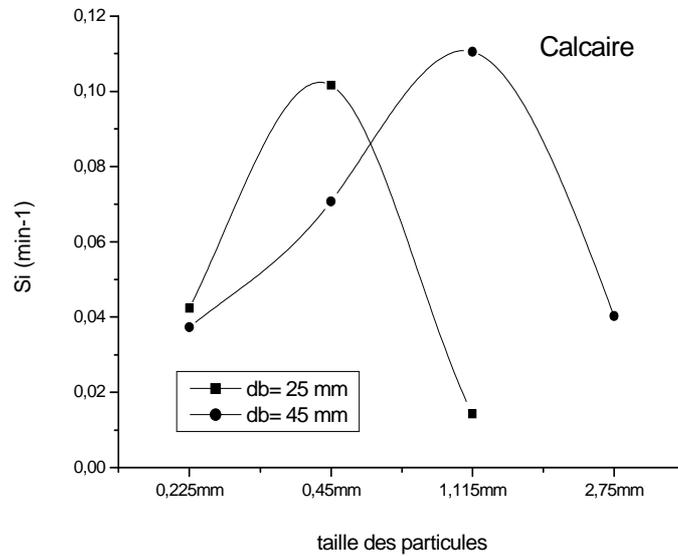


Figure 4.6 : Fonction de sélection du calcaire en fonction de la taille initiale des particules

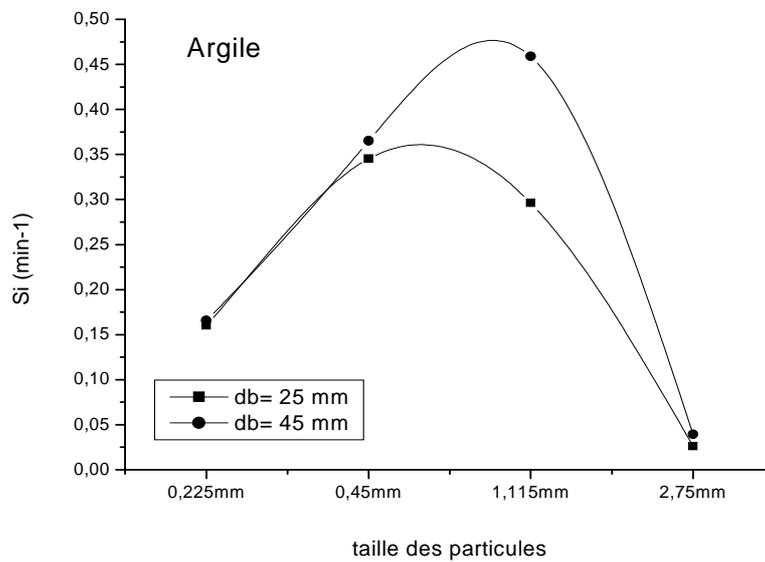


Figure 4.7 : Fonction de sélection de l'argile en fonction de la taille initiale des particules

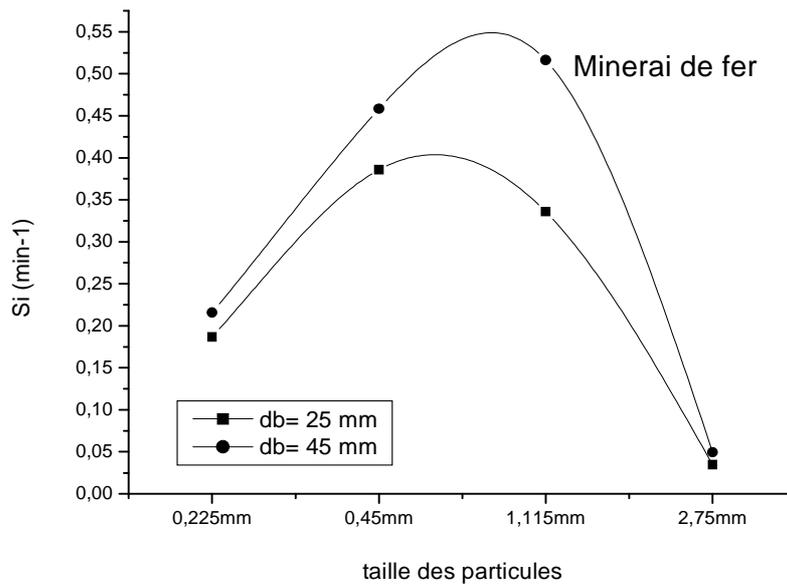


Figure 4.8 : Fonction de sélection du minerai de fer en fonction de la taille initiale des particules

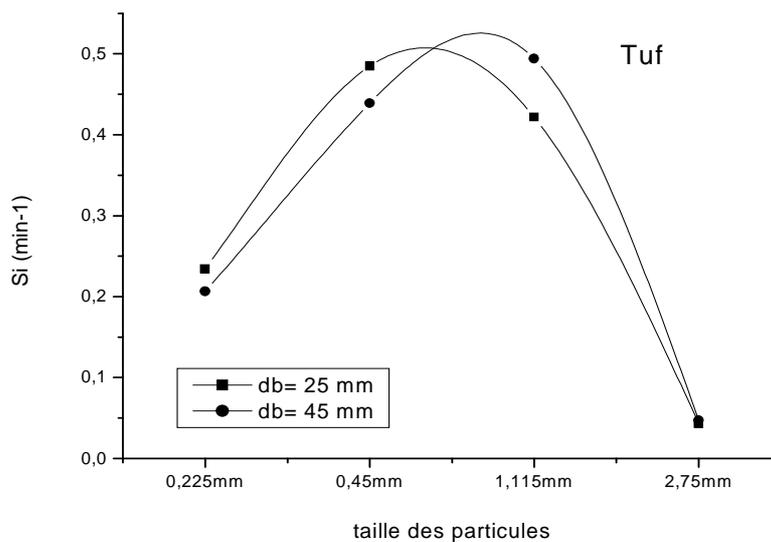


Figure 4.9 : Fonction de sélection du tuf en fonction de la taille initiale des particules

L'évolution de la fonction spécifique de sélection en fonction de la taille des particules présente une allure similaire pour les différents diamètres de boulets. Elle augmente puis diminue en passant par un maximum pour une certaine taille de particules. Ce maximum est spécifique pour chaque matériau. Cette évolution a été déjà observée et traitée par Austin et coll [40], puis par Gupta et coll [41].

Pour un diamètre de boulets égal à 45 mm, la fonction de sélection maximale du minerai de fer ($0,550\text{min}^{-1}$) reste supérieure à celles du tuf ($0,500\text{min}^{-1}$), de l'argile ($0,455\text{min}^{-1}$) et du calcaire ($0,115\text{min}^{-1}$). L'augmentation de la fonction de sélection S_i correspond à l'augmentation de la vitesse initiale de broyage des particules, qui permet l'accélération du processus. On remarque aussi que la fonction de sélection dépend de la dimension des boulets. En effet, pour la taille de particules la fonction spécifique de sélection pour les boulets de 45 mm est importante devant celles des boulets de 25 mm. Ces résultats ont permis à Deniz [43] d'établir en fonction de la dimension de boulets, des relations empiriques pour le calcul de la fonction maximale de sélection et la taille optimale des particules à broyer.

4.2.1.3 Fonction de broyage

La fonction de broyage est calculée en utilisant la méthode zéro de Herbst et Fuersteneau [27] qui est utilisée pour un temps très court de broyage « pour un broyage primaire ». La fonction de distribution de broyage, représente la distribution de taille de la progéniture issue du broyage primaire de cette particule mère.

La fonction de broyage cumulée B_{ij} , est estimée en traçant les fractions cumulées P_{ij} passant le tamis j en fonction du temps dont la pente est F_i .

Sachant que la variation en fonction du temps, du pourcentage des grains passant le tamis j issus du broyage des grains de la tranche j est donnée par l'équation suivante :

$$\frac{dp_{ij}}{dt} = S_i B_{ij} \quad (4.2)$$

Pour un temps de broyage très court, la variation du cumulé passant est constante, ce qui revient à linéariser $P_{ij}(t)$ au voisinage de l'origine :

$$\frac{dp_{ij}}{dt} = F_j \quad (4.3)$$

Soit

$$P_{ij}(t) = F_j t + P_0 \quad (4.4)$$

Donc quelle que soit la tranche mère considérée, le nombre de particules qui étant broyées se retrouvent au-dessous du tamis j est constant. Ainsi la fonction de broyage est calculée par :

$$B_{ij} = \frac{P_{ij}}{S_j} \quad (4.5)$$

Ainsi, l'évolution de la fonction de broyage B_{ij} , en fonction de la taille relative des particules (X_i/X_{j+1}) pour le broyage de différentes tailles mères de particules est représentée en figures (4.10- 4.14) ci-après. Pour cette représentation les classes de taille (1,2, 3 et 4) sont respectivement $[3,15-2]$, $[1,6-0,63]$, $[0,5-0,4]$ et $[0,31-0,20\text{mm}]$.

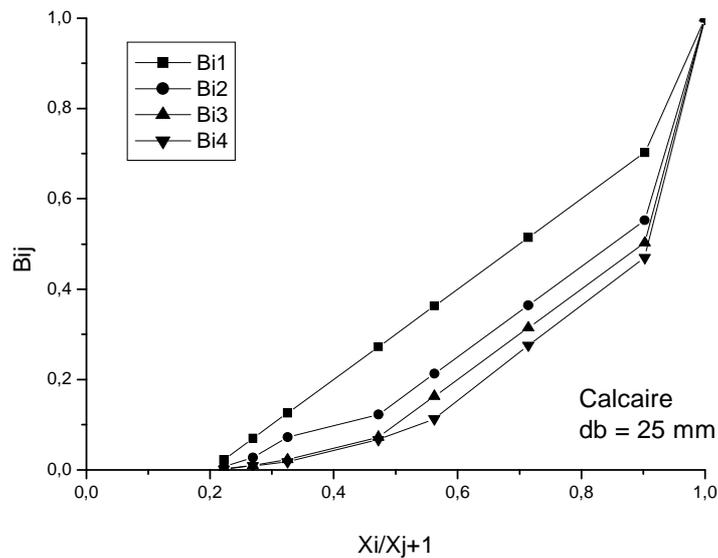


Figure 4.10 : Fonction de distribution de broyage du calcaire

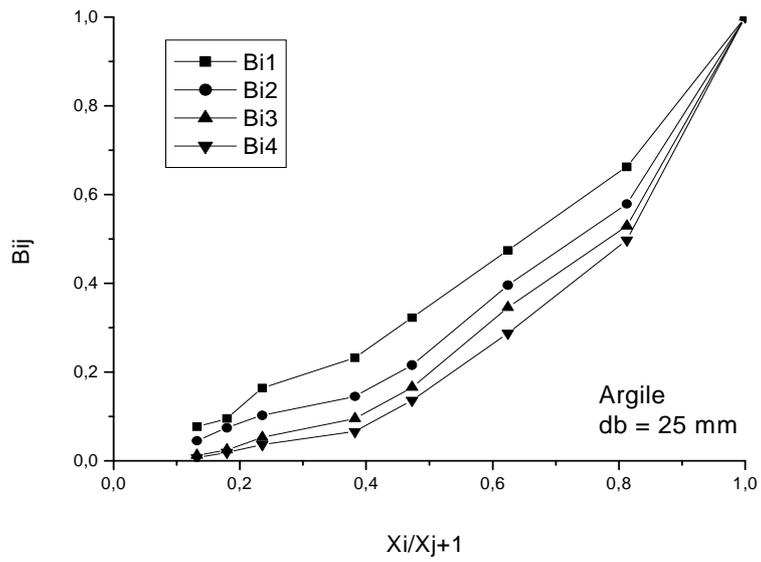


Figure 4.11 : Fonction de distribution de broyage de l'argile

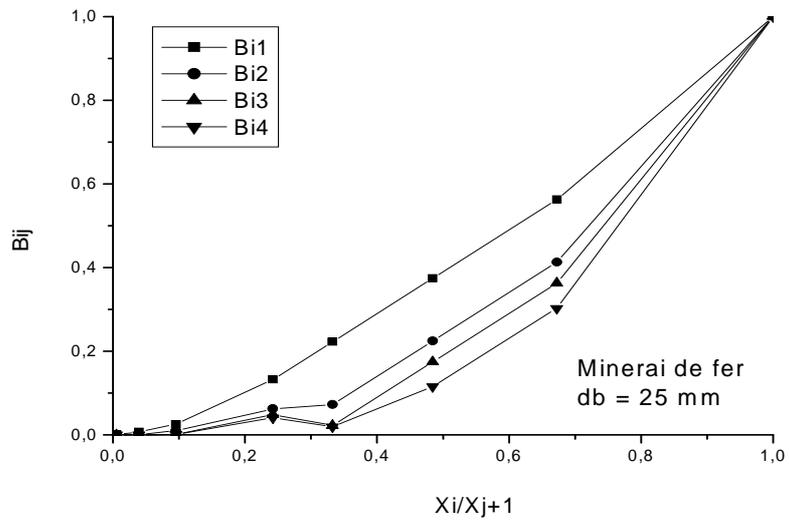


Figure 4.12 : Fonction de distribution de broyage du minerai de fer

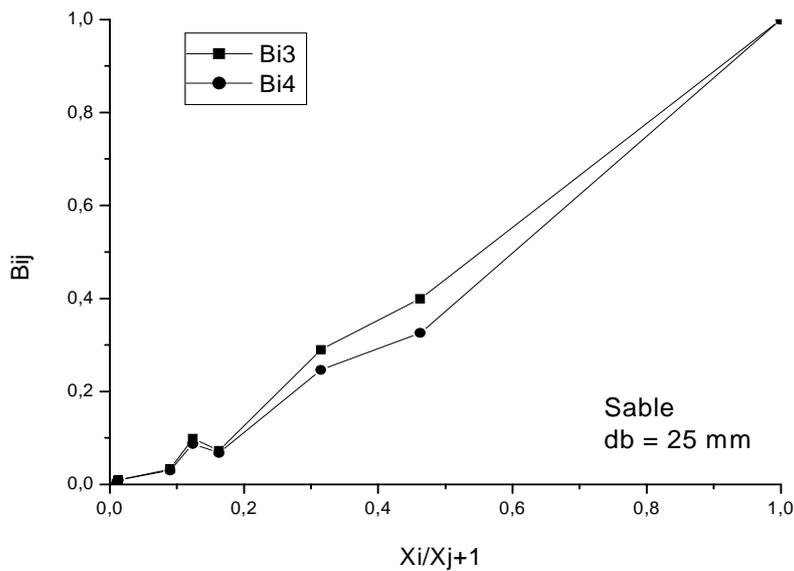


Figure 4.13 : Fonction de distribution de broyage du sable

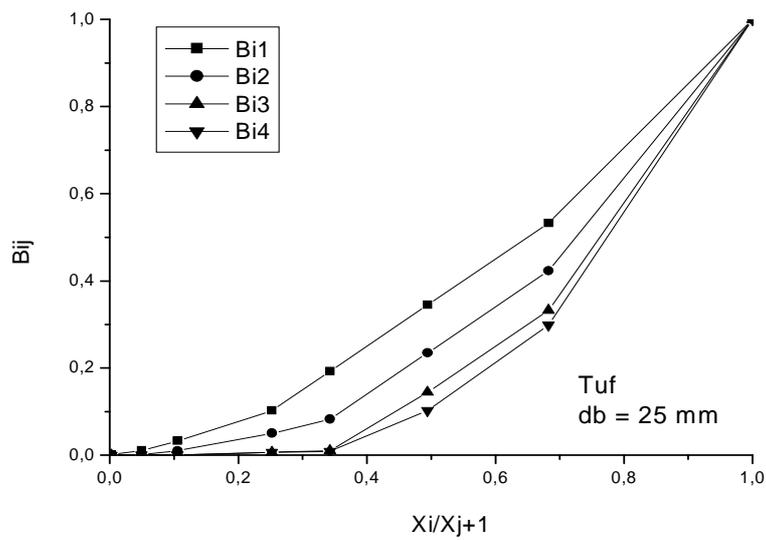


Figure 4.14 : Fonction de distribution de broyage du tuf

On constate que quelque soit le matériau utilisé, la fonction de broyage n'est pas normalisable, c'est-à-dire la progéniture de broyage diffère d'une classe de taille à une autre. Pour le calcaire et le minerai de fer ce résultat a été déjà observé par Austin et coll. [42]. Cette constatation est observée aussi dans le cas du diamètre de boulets égal à 45 mm.

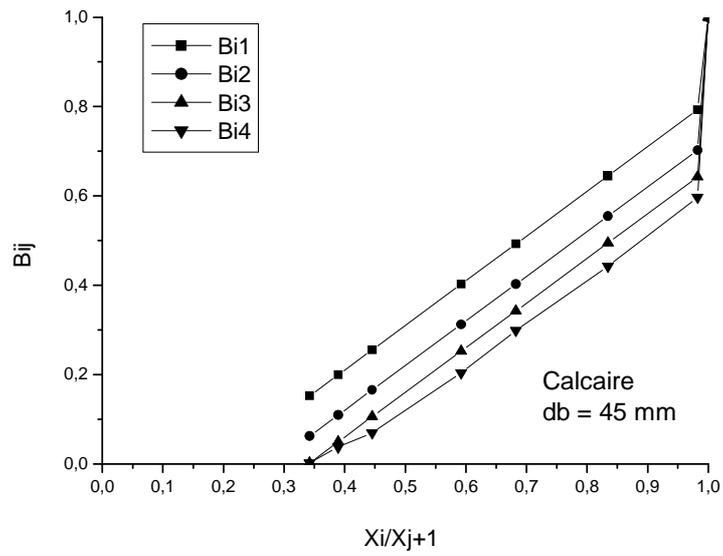


Figure 4.15 : Fonction de distribution de broyage du calcaire

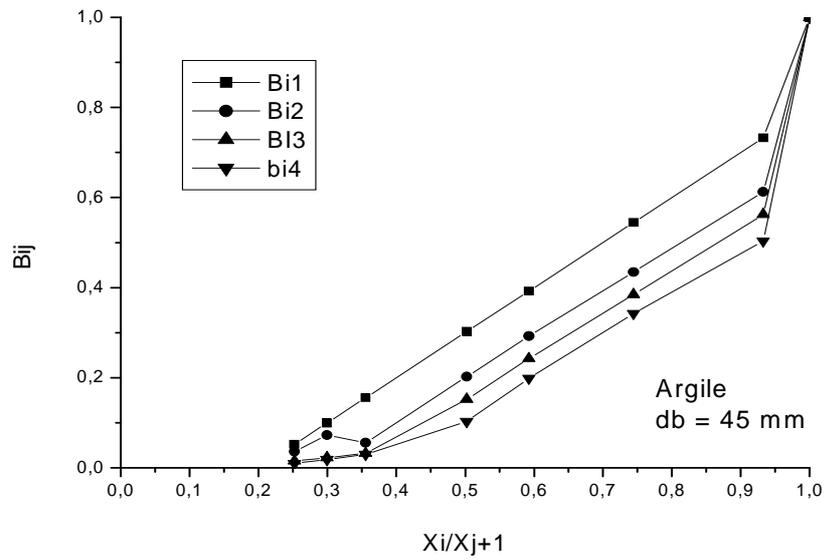


Figure 4.16 : Fonction de distribution de broyage de l'argile

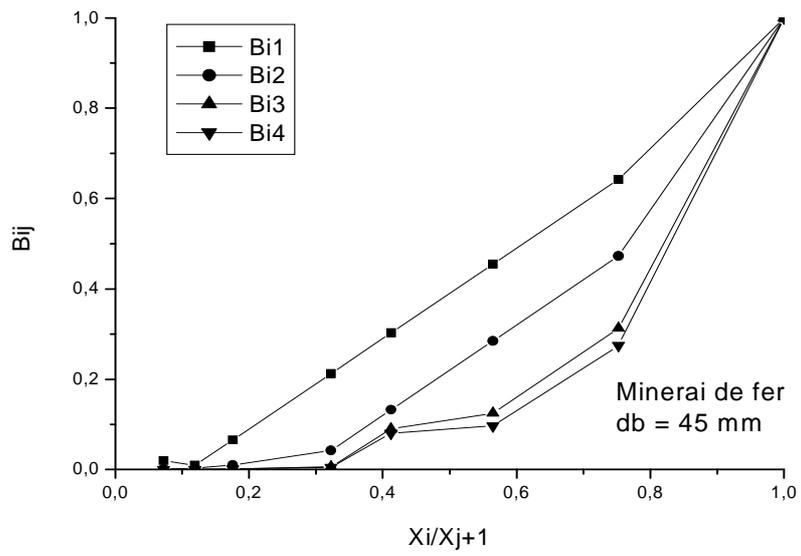


Figure 4.17 : Fonction de distribution de broyage du minerai de fer

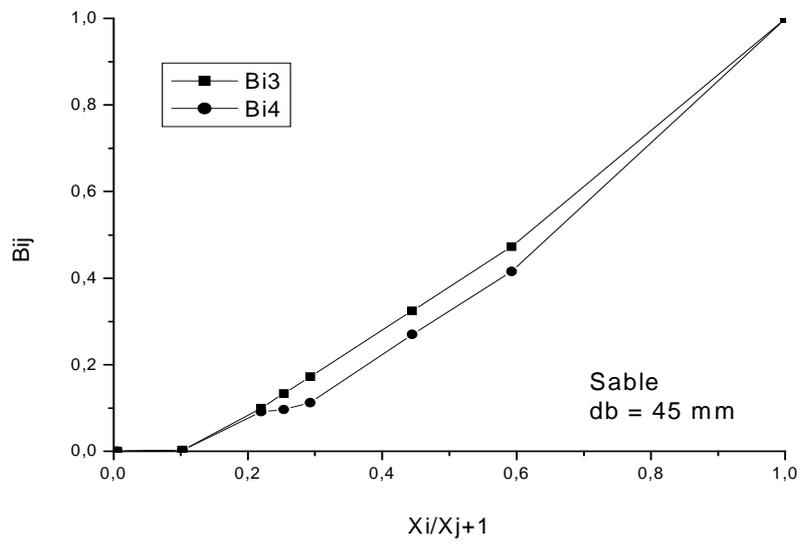


Figure 4.18 : Fonction de distribution de broyage du tuf

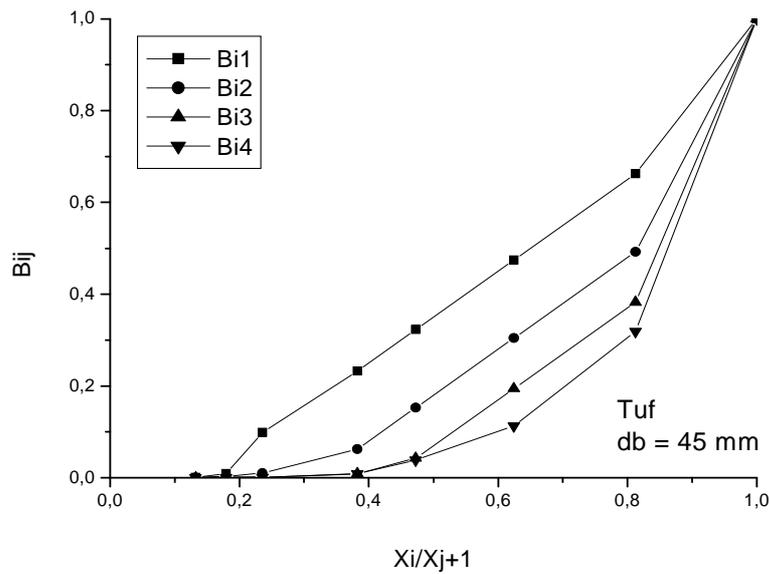


Figure 4.19 : Fonction de distribution de broyage du tuf

4.2.2 Distributions granulométriques calculée par le modèle du bilan de population

Le bilan sur les n classes de taille granulométriques, exprimé sous la forme matricielle peut s'écrire sous la forme (équation 4.6):

$$\frac{d[m(t)]}{dt} = (B - I) S m(t) \quad (4.6)$$

Avec :

$$S = \begin{bmatrix} S_1 & 0 & \cdot & \cdot & 0 \\ 0 & S_2 & \cdot & 0 & \cdot \\ 0 & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & S_{N-1} & 0 \\ 0 & \cdot & \cdot & 0 & S_N \end{bmatrix} \quad \text{Et} \quad B = \begin{bmatrix} 0 & & & & \\ b_{2,1} & 0 & & & \\ \cdot & \cdot & 0 & & \\ \cdot & \cdot & \cdot & 0 & \\ b_{n,1} & \cdot & \cdot & b_{n,n-1} & 0 \end{bmatrix}$$

I est la matrice identité, B la matrice de distribution de broyage, S la matrice de la fonction spécifique de sélection et m (t) le vecteur exprimant les fractions massiques.

En utilisant la solution développée par Reid [25], décrite au paragraphe (1.4), Herbst et Fuersteneau [44] ont exprimé cette solution sous forme matricielle suivante:

Soit :

$$m(t) = T J(t) T^{-1} m(0) \quad (4.7)$$

$m(t)$ est un vecteur de taille $(n \times 1)$ qui représente les fractions massiques de chaque classe; T est la matrice propre de réponse de taille $(n \times n)$ dont les éléments sont donnés par :

$$T_{i,j} = \begin{cases} 0 & \text{pour } i < j \\ 1 & \text{pour } i = j \\ \sum_{k=j}^{i-1} \frac{b_{i,k} S_k}{S_i - S_j} - T_{k,j} & \text{pour } i > j \end{cases} \quad (4.8)$$

Et $J(t)$ est une matrice diagonale de taille $(n \times n)$ dont les éléments sont :

$$J_{i,j}(t) = \begin{cases} 0 & \text{pour } i \neq j \\ e^{-s \cdot t} & \text{pour } i = j \end{cases} \quad (4.9)$$

Cette résolution permet de prédire la distribution granulométrique du produit obtenue en fonction de temps de broyage. Elle est exécutée grâce à un programme sous langage Pascal.

Ainsi, les distributions granulométriques obtenues expérimentalement et par le calcul matriciel, pour le broyage de différentes classes granulométriques sont représentées en figures (4.20- 4.24). Nous observons une bonne concordance des deux distributions granulométriques quelque soit le diamètre du corps broyant utilisé. Ceci permet d'utiliser cette approche pour la détermination des distributions granulométriques du chaque matériau dans les premiers instants de broyage.

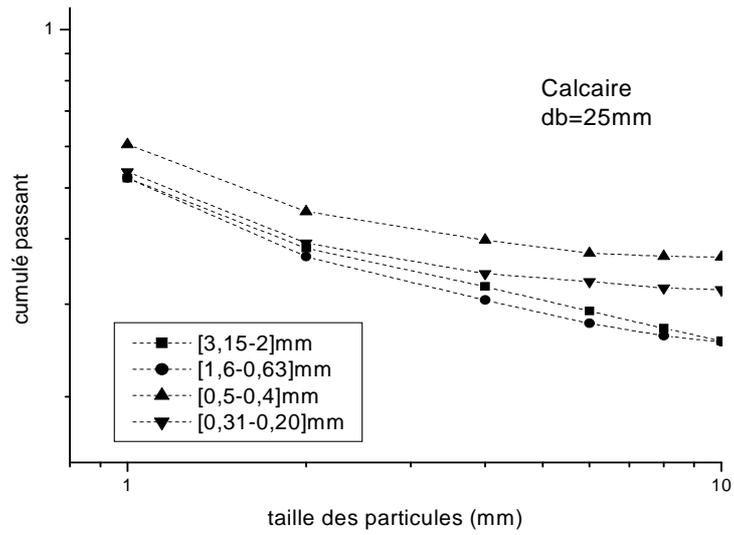


Figure 4.20: Distributions granulométriques expérimentales et calculées du calcaire

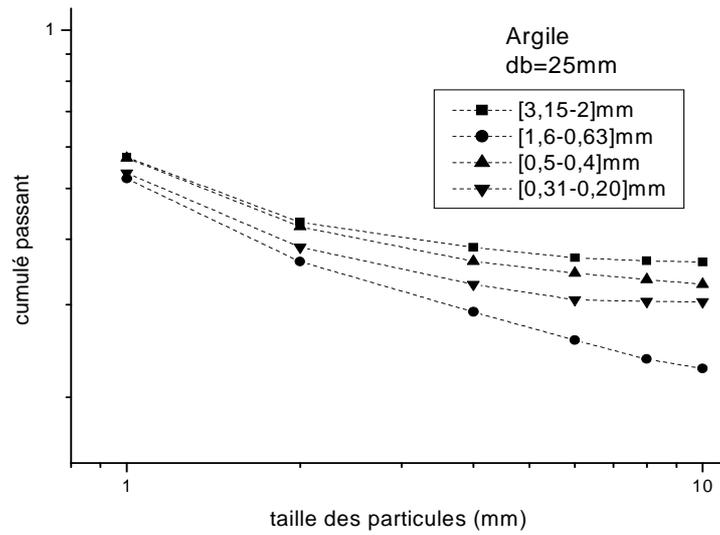


Figure 4.21. Distributions granulométriques expérimentales et calculées de l'argile

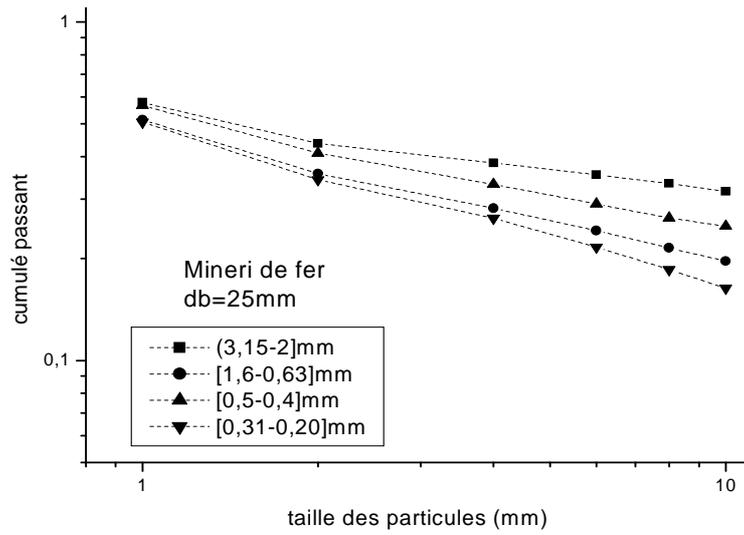


Figure 4.22. Distributions granulométriques expérimentales et calculées du minerai de fer

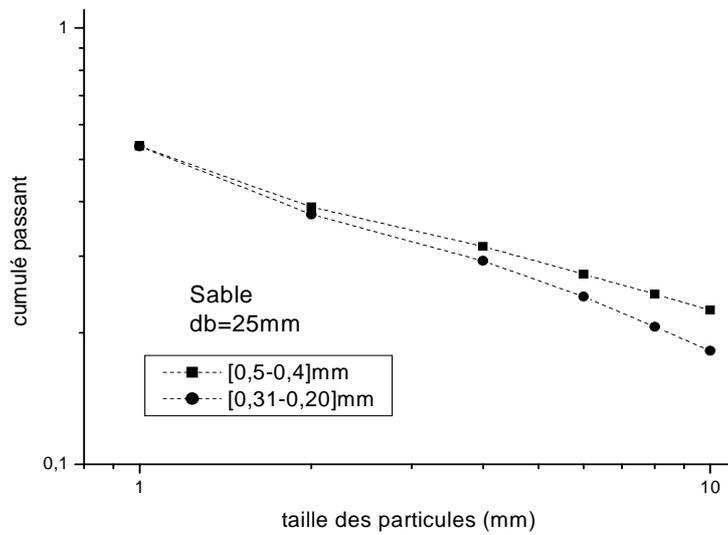


Figure 4.23 : Distributions granulométriques expérimentales et calculées du sable

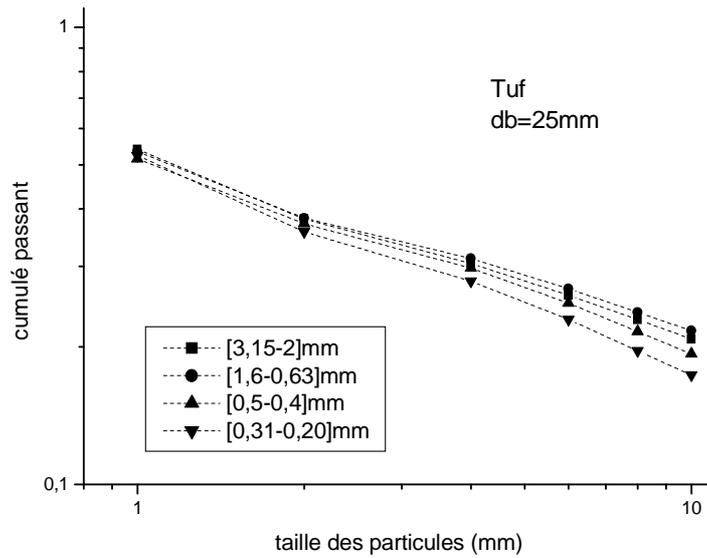


Figure 4.24 : Distributions granulométriques expérimentales et calculées du tuf

4.3 3 Broyage hétérogène

4.3.1 Fonction de sélection

Les résultats obtenus pour le broyage des trois mélanges I (80% calcaire et 20% Argile), II (80% calcaire, 4% Minerai de fer et 16% tuf) et III (80% calcaire, 14% Argile, 2% minerai de fer et 4% Sable), utilisant des boulets de taille 25 et 45 mm sont représentés ci-après :

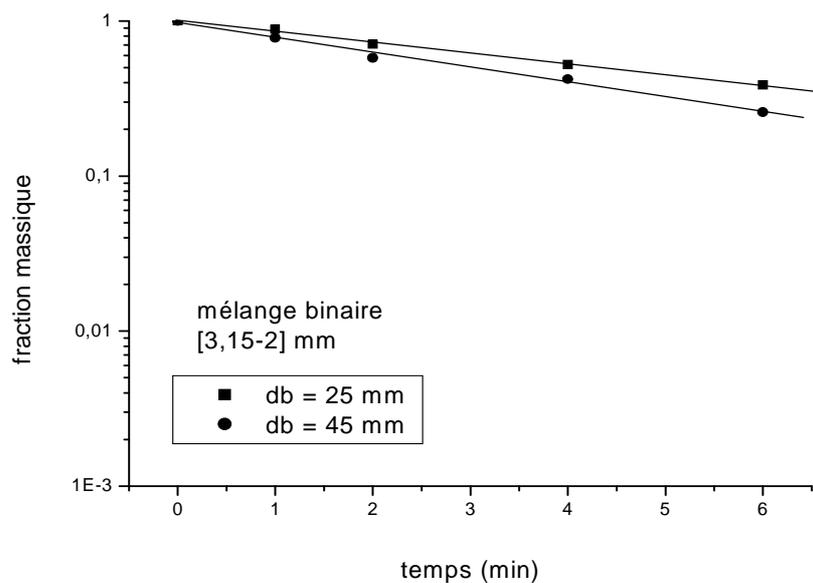


Figure 4.25 : cinétique de broyage du mélange I

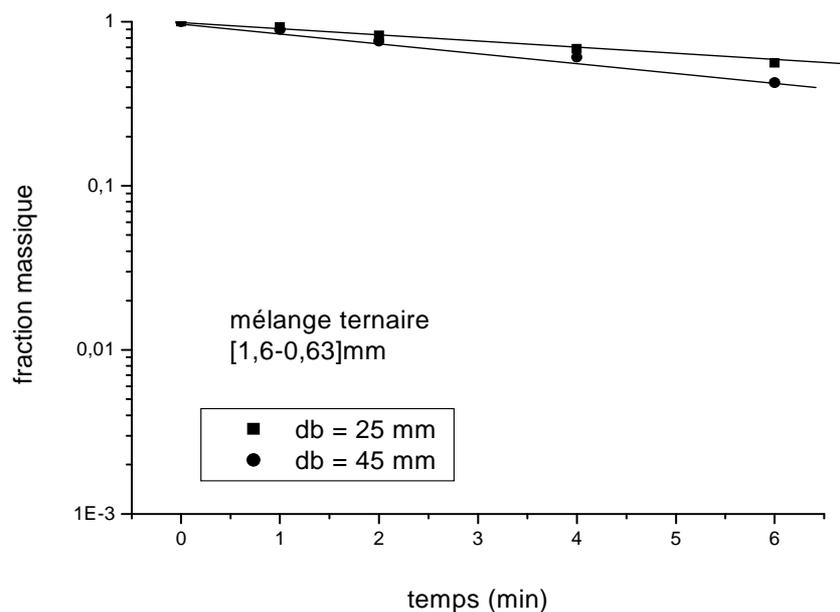


Figure 4.26 : cinétique de broyage du mélange II

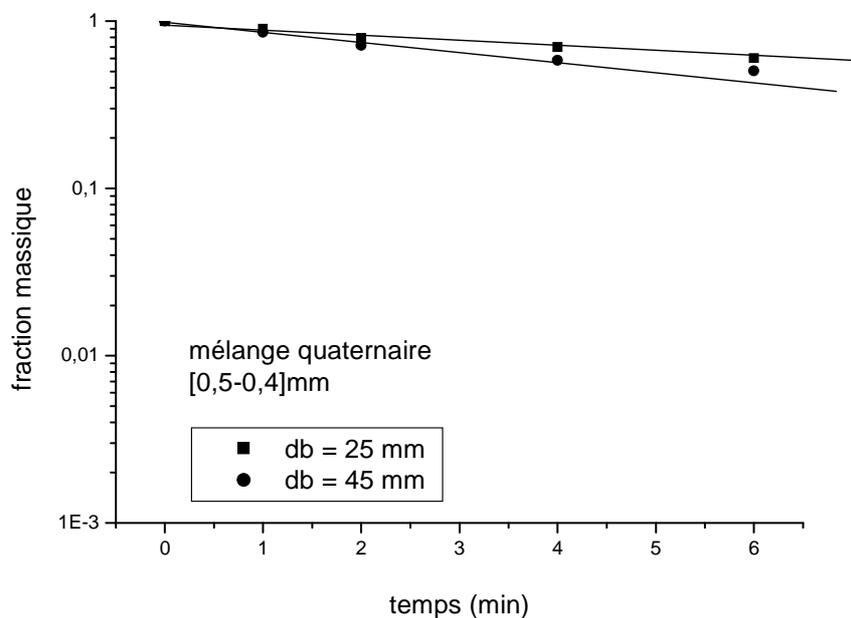


Figure 4.27 : cinétique de broyage du mélange III

La représentation de la fraction massique de la taille initiale des particules des différents mélanges en fonction du temps (figures 4.25-4.27) montre que la

vitesse de disparition de la classe de taille admet effectivement une cinétique d'ordre 1. Ceci implique que les mélanges binaire, ternaire et quaternaire présentent aussi des fonctions de sélection spécifiques et intrinsèques. Pour le mélange binaire, ce résultat conforte celui de Hosten et al [37]. Rappelons que ces auteurs ont étudié la cinétique de broyage des mélanges quartz-kaolin, quartz- feldspath et feldspath – kaolin.

4.3.2 Influence de la taille initiale des particules

La représentation de la fonction de sélection en fonction de la taille initiale moyenne des particules pour les mélanges I, II et III est illustrée en figures (4.28-4.30).

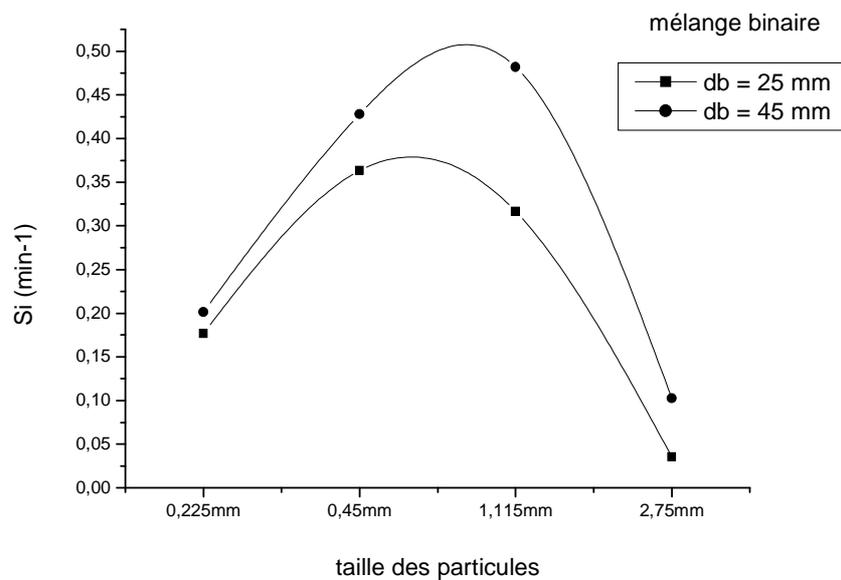


Figure 4.28 : Fonction de sélection du mélange binaire en fonction de la taille initiale des particules

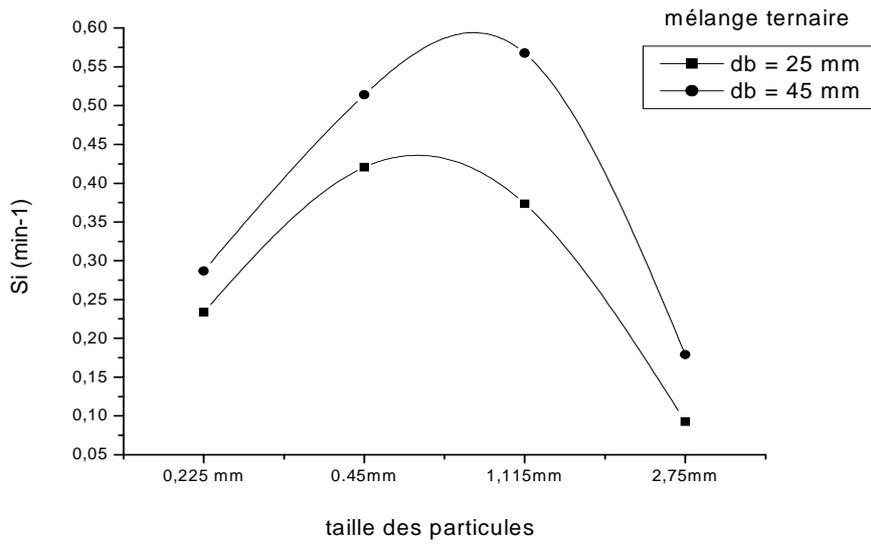


Figure 4.29 : Fonction de sélection du mélange ternaire en fonction de la taille initiale des particules

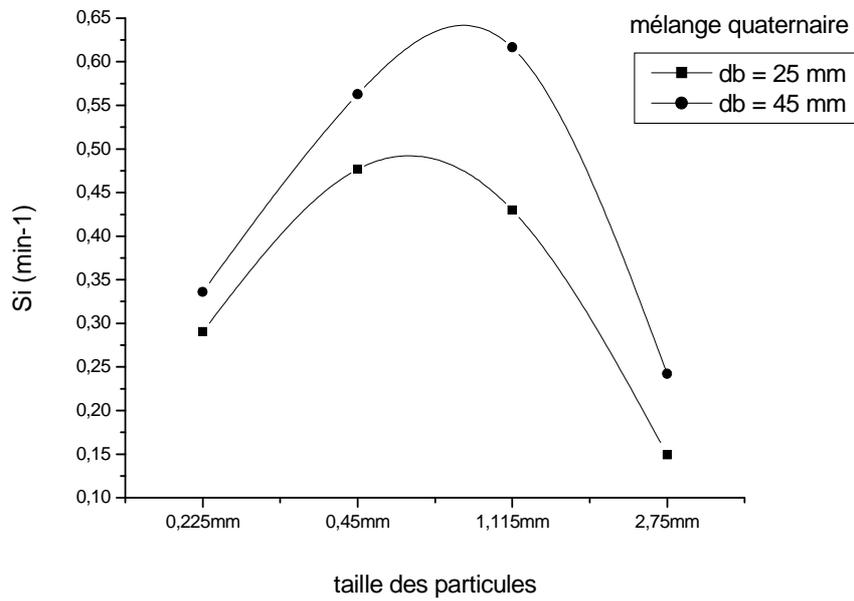


Figure 4.30 : Fonction de sélection du mélange III en fonction de la taille initiale des particules

De même que dans le cas homogène, la fonction de sélection augmente puis diminue pour atteindre un maximum pour une certaine taille des particules.

Ce maximum est spécifique pour chaque mélange et pour chaque dimension de boulets. De plus, on constate que la fonction de sélection optimale dépend de l'interaction des autres constituants par rapport au calcaire. Elle augmente avec le nombre d'ajouts incorporés dans le mélange. Elle augmente du mélange binaire au mélange quaternaire. A titre d'exemple pour un diamètre de boulets égal à 45 mm, Si passe de la valeur $0,50\text{min}^{-1}$ (mélange I) à $0,60\text{min}^{-1}$ (mélange II) et $0,65\text{min}^{-1}$ (mélange III).

4.3.3 Fonction de broyage

L'évolution de la fonction de broyage B_{ij} , en fonction de la taille relative des particules (X_i/X_{j+1}) pour le broyage de différentes tailles mères de particules est représentée en figures (4.31- 4.33) ci-après. On constate quelque soit le mélange de matériaux utilisé, la fonction de broyage n'est pas normalisable, c'est-à-dire le broyage ne donne pas des distributions de taille relatives aux particules mères identiques.

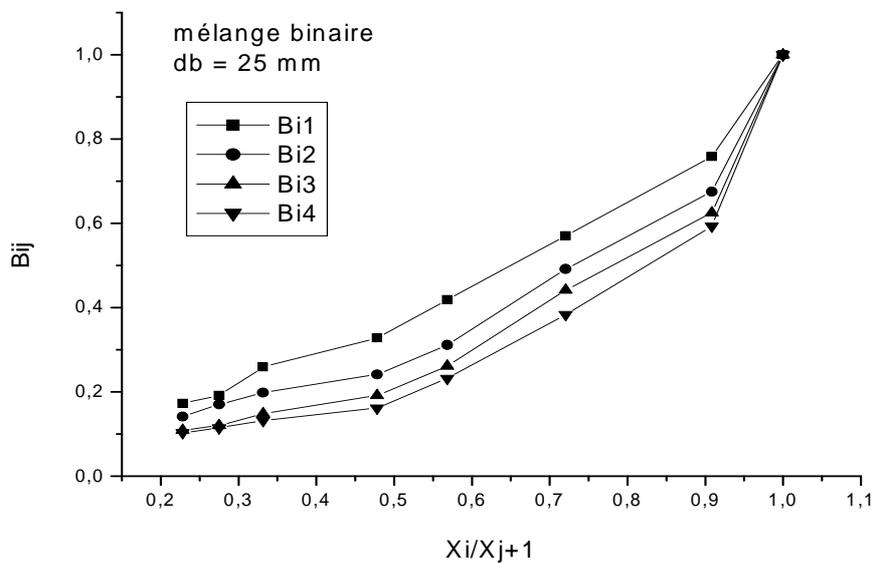


Figure 4.31 : Fonction de distribution de broyage du mélange I

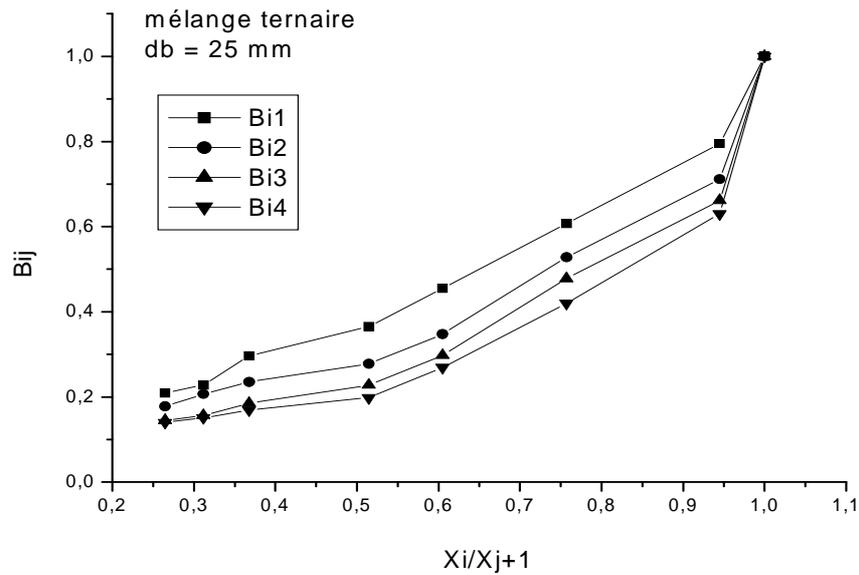


Figure 4.32 : Fonction de distribution de broyage du mélange II

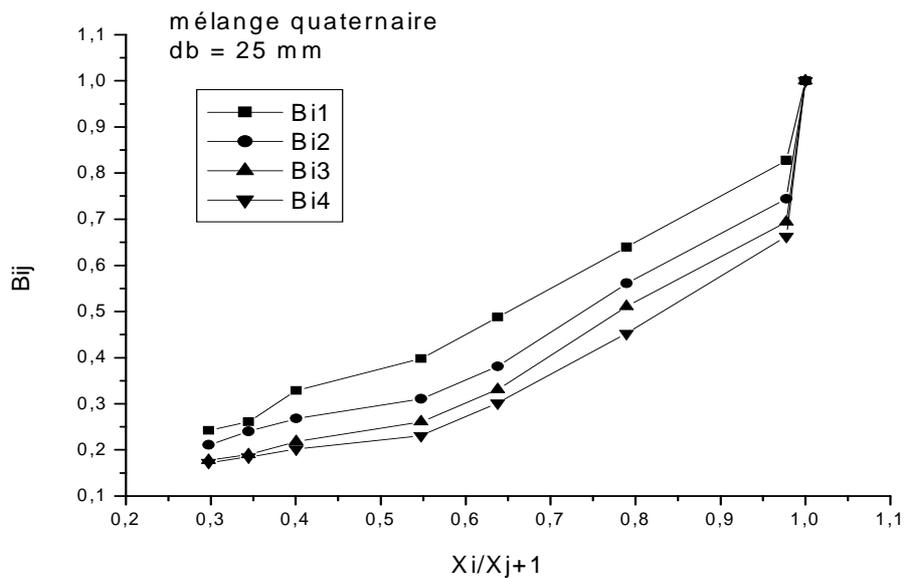


Figure 4.33 : Fonction de distribution de broyage du mélange III

4.3.5 Distributions granulométrique calculée par le modèle du bilan de population

En basant sur les paramètres cinétiques du broyage hétérogène des mélanges I, II et III, la solution de Reid sous forme matricielle est exécutée grâce à un programme sous langage Pascal pour permettre le calcul des

distributions granulométriques. Ainsi, les distributions granulométriques expérimentales sont comparées par rapport à celles calculées (figures 4.34-4.36). Nous observons une bonne concordance des deux distributions granulométriques quelque soit le diamètre du corps broyeur et le mélange utilisé. Ceci permet d'utiliser cette approche pour la détermination des distributions granulométriques lors du broyage hétérogène. D'autre part, on constate que ces distributions de taille de particules changent de concavité par rapport au broyage homogène. Ceci peut être attribué à la forte interaction entre les différents constituants.

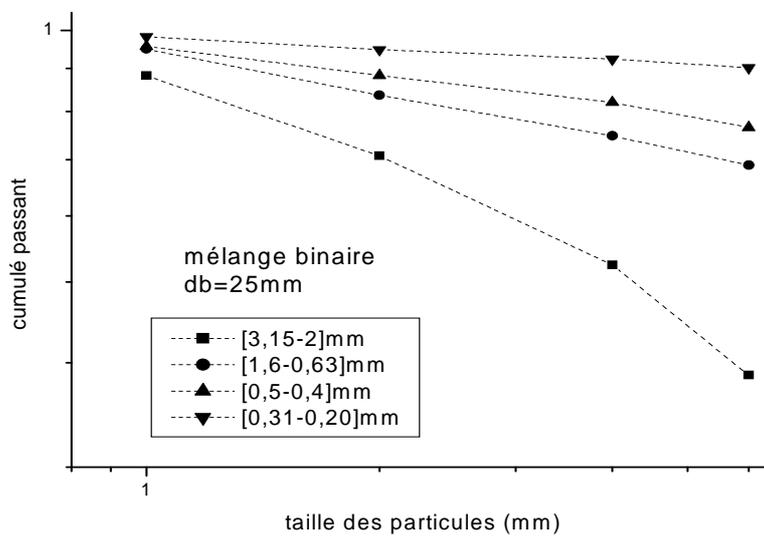


Figure 4.34 : Comparaison des distributions de taille expérimentales et calculées du mélange I

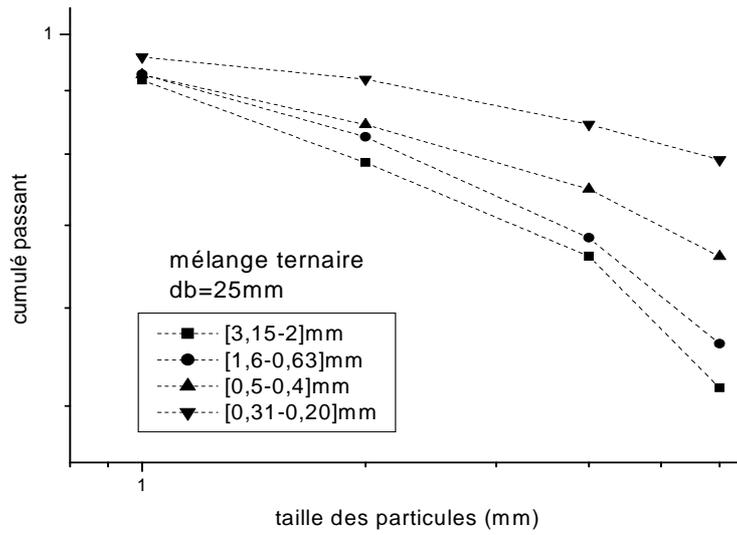


Figure 4.35 : Comparaison des distributions de taille expérimentales et calculées du mélange II

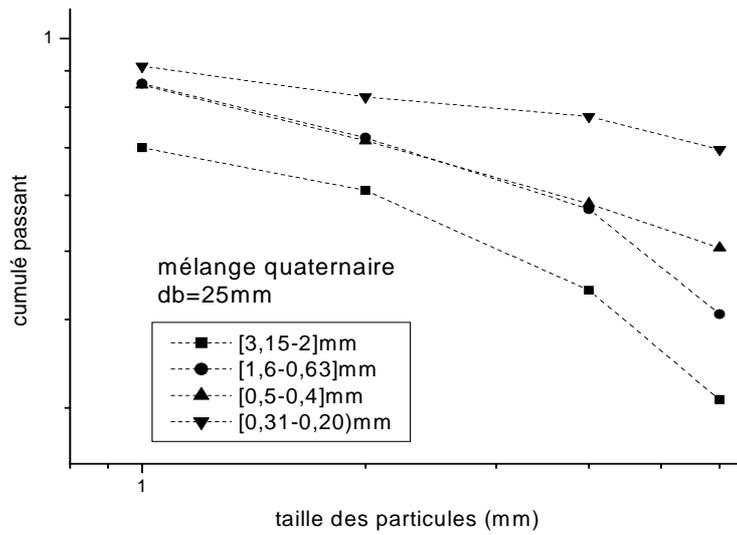


Figure 4.36 : Comparaison des distributions de taille expérimentales et calculées du mélange III

4.4 CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons analysé le broyage discontinu en fonction de temps des matériaux d'un mélange cru à ciment (calcaire, argile, sable, minerai de fer et tuf) séparément aussi bien qu'une partie d'un mélange.

- Sur un plan cinétique, en se basant sur le modèle du bilan de population, nous avons constaté que la vitesse de disparition de taille des particules de chaque matériau et pour les mélanges est admet une cinétique d'ordre 1. De même, la fonction spécifique de sélection est dépendante de la dimension des boulets, et présente un maximum spécifique pour une certaine taille de particules; alors que la fonction de distribution de broyage n'est pas complètement normalisable. De ce fait, elle est ajustée par l'ensemble des équations proposées par Austin et ses collaborateurs.
- l'utilisation de la solution de Reid, sous forme de calcul matriciel, est très satisfaisante pour prédire les distributions granulométriques obtenues pour différents instants de temps.

CHAPITRE 5

INFLUENCE DE LA CINÉTIQUE DU BROYAGE SUR L'HOMOGENÉITÉ ET LA REACTIVITÉ DE LA FARINE CRUE

5.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats et leur interprétation tout en précisant l'influence de la fonction de sélection ou la vitesse initiale de broyage sur les processus d'homogénéisation et de la cuisson du mélange cru.

5.2 Broyage du mélange cru et finesse produite

Le refus cumulé sur le tamis 90 μ m du mélange cru, produit pour différents temps de broyage de la classe mère des particules [3.15-2 mm] est représenté en figure (5.1). La quantité de matière passant le tamis 90 μ m augmente au fur et à mesure que le processus de broyage avance. Cette diminution présente deux étapes; une première étape à vitesse constante dans les premiers instants de broyage (inférieure à 20 minutes) et une deuxième étape à vitesse décroissante. La constance de la vitesse de broyage observée au départ est due au fait que dans les premiers instants de broyage, nous assistons à une diminution du refus proportionnelle au temps de broyage. Ceci correspond à l'étape de réduction de taille. Cette étape est généralement approchée par une cinétique de broyage du premier ordre [27]. Au fur et à mesure que le processus de broyage continue, l'intensité énergétique augmente et la vitesse de broyage diminue. Ce ralentissement peut être alors interprété par l'accumulation de fines particules, pouvant engendrer un effet d'amortissement des chocs en entourant les grosses particules et favoriser ainsi le colmatage des boulets, d'où une forte résistance à la diminution du refus dans les derniers instants du broyage.

Rappelons que le broyage du mélange cru à l'échelle industrielle s'opère en circuit fermé, qui permet de renvoyer à l'entrée du broyeur les particules insuffisamment réduites et collectées par un séparateur dynamique. De plus, 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. Ces conditions de fonctionnement ont conduit Austin et Bagga [42] à considérer que le

ralentissement de la cinétique de broyage, provoqué par l'accumulation des fines particules, observé dans le cas discontinu, n'affecte guère le procédé en mode continu.

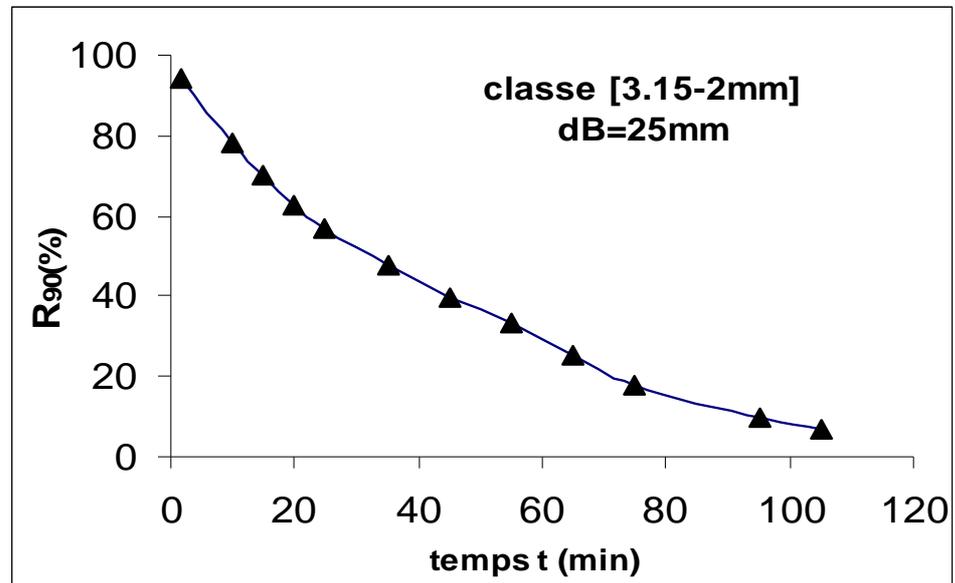


Figure 5.1 : Le refus au tamis 90 µm en fonction du temps

5.3 Analyse granulométrique de la farine crue

La représentation des distributions de taille de particules de la farine crue à ciment passant le tamis 200 µm, produite après 15 minutes de broyage de deux différentes classes granulométriques du mélange cru III (mélange ternaire) est donnée en figure (5.2).

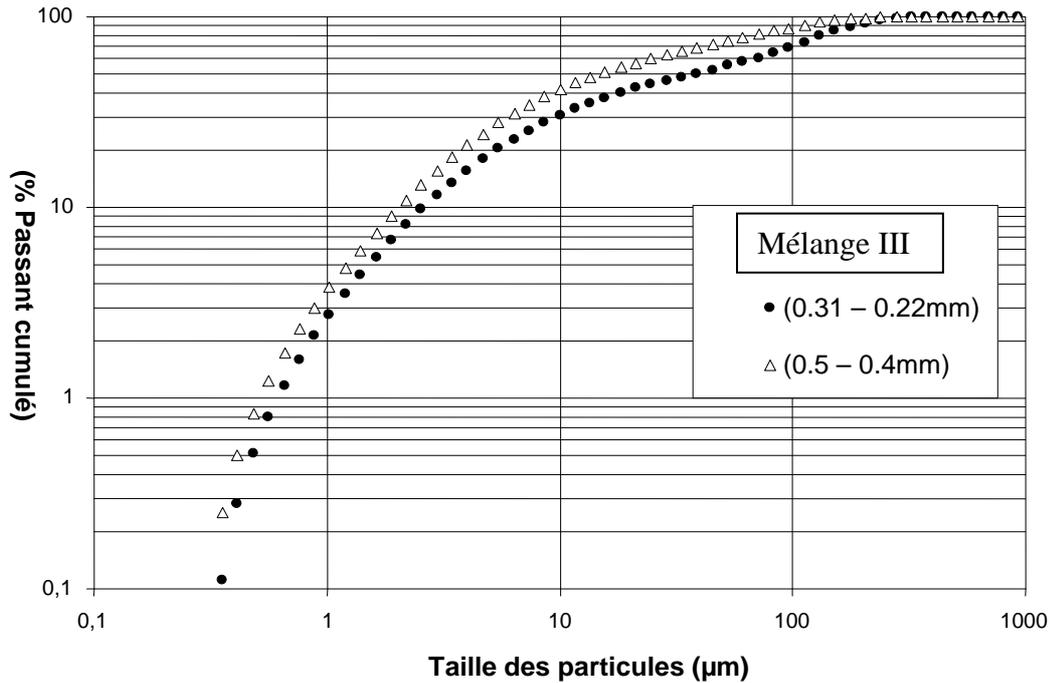


Figure 5.2 : Distributions granulométriques des Classes de taille (0.5 – 0.4mm) et (0.31 – 0.22mm)

On constate que la tendance des deux distributions granulométriques est similaire. Toutefois la classe granulométrique mère (0.5-0.4mm) produit une progéniture de taille plus fine que la classe (0.31 – 0.22 mm). A titre d'exemple les d_{50} (50 % passant) pour les classes (0.5 – 0.4 mm) et (0.31 – 0.22 mm) sont 20 et 40µm. Ceci peut être expliqué par la différence des fonctions spécifiques de sélection ou la vitesse initiale de broyage, come mentionner au chapitre précédent.

5.4 Homogénéisation du mélange cru

En admettant que l'échantillonnage soit satisfaisant, l'état de mélange peut être quantifié par l'échelle et l'intensité de ségrégation définies par Danckwerts [46]. L'intensité de ségrégation est exprimée par la variance du coefficient de saturation de chaux des échantillons prélevés au hasard, exprimé par l'équation (V.1) que nous rappelons :

$$K_{st} = \frac{CaO}{2,8 SiO_2 + 1,1 Al_2O_3 + 0,7 Fe_2O_3} \quad (5.1)$$

Le coefficient de saturation de chaux est généralement retenu afin de déterminer la teneur en chaux nécessaire, indiquant ainsi le pouvoir liant CaO aux autres composants. Soient n échantillons pris parmi les N possibles, dont le Kst moyen en produit clé est $Kstm$. L'intensité de ségrégation peut être représentée par la variance σ^2 des Kst en produit clé ($ksti$) pour chaque échantillon i , définie par l'équation (5.2) :

$$\sigma^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (Ksti - Kstm)^2}{n - 1} \quad (5.2)$$

La cinétique de mélangeage ou d'homogénéisation de la farine crue broyée à la finesse désirée (12-14 % sur le refus 90 μm), obtenue pour une vitesse de rotation de 60 tr/min est représentée en figure (5.3).

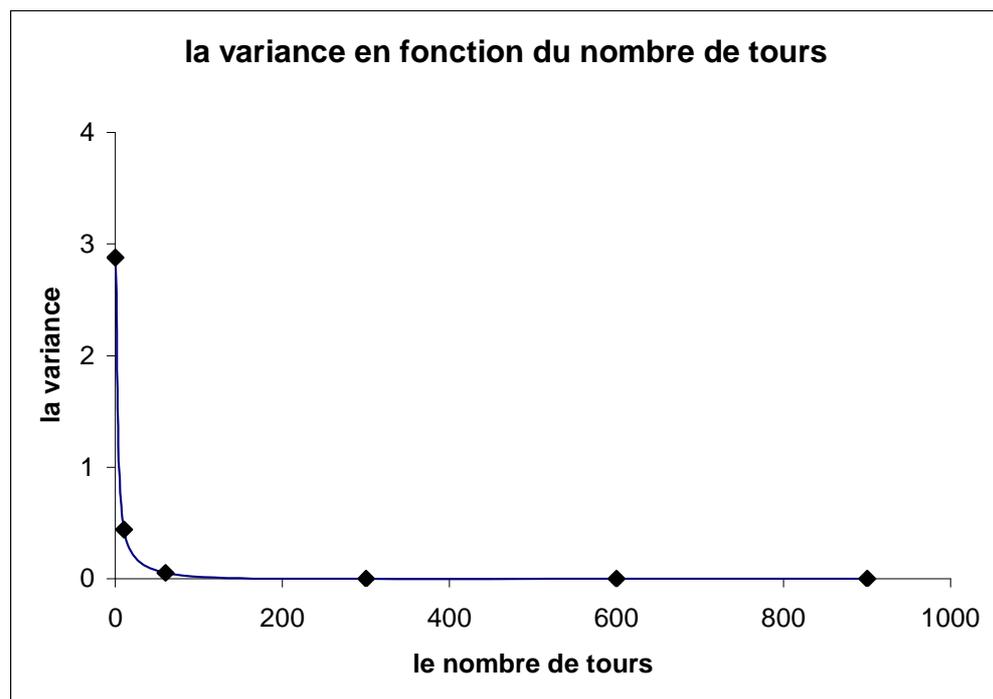


Figure 5.3 : La variance en fonction du nombre de tours du mélangeur

Cette représentation montre que la variance diminue fortement en fonction du temps de mélangeage. Elle présente une allure exponentielle. Elle chute de 3

à une valeur de 0.44, pour un temps de mélangeage de 10 secondes. Pour une minute de rotation, la variance atteint la valeur de 5% attestant que le mélange est homogène et que ce type de mélangeur permet l'homogénéisation de ces matières premières à ciment. Au-delà de 60 tours (1 minute de rotation), la variance se stabilise à des valeurs très faibles et les courbes ne se distinguent plus, le mélange semble ne plus progresser. Il est donc inutile de pousser l'homogénéisation à des valeurs très faibles de la variance.

Par ailleurs, à la sortie du broyeur ($t=0$ tours) la variance est grande. L'intensité de ségrégation est plus importante. Ce résultat montre que le procédé de broyage ne permet pas une homogénéisation parfaite des matières premières. Toutefois, il peut être considéré en conséquence comme un préhomogénéiseur.

5.5 Influence de la vitesse initiale de broyage sur l'homogénéisation

L'homogénéisation pour 10 tours de mélangeage du passant cumulé du tamis 200 μm , obtenu après 15 minutes de broyage des différentes classes granulométriques est donné en figure (5.4). L'intensité de ségrégation est très affectée par la vitesse initiale de broyage (fonction spécifique de sélection). En effet la variance diminue fortement avec l'augmentation de la vitesse initiale. La variance obtenue pour une vitesse de 0.62min^{-1} est nettement meilleure par rapport à celle obtenue pour une vitesse de 0.55 et 0.32min^{-1} . L'intensité de ségrégation semble donc plus importante pour des faibles vitesses de broyage. Il est possible d'expliquer ce résultat en considérant qu'aux fortes vitesses, la distribution de taille générée par le broyage est fine, ce qui permet aux particules de se réarranger, soit individuellement soit par agrégats de petite taille, entre deux retournements de la cuve, permettant la diminution de l'intensité de ségrégation.

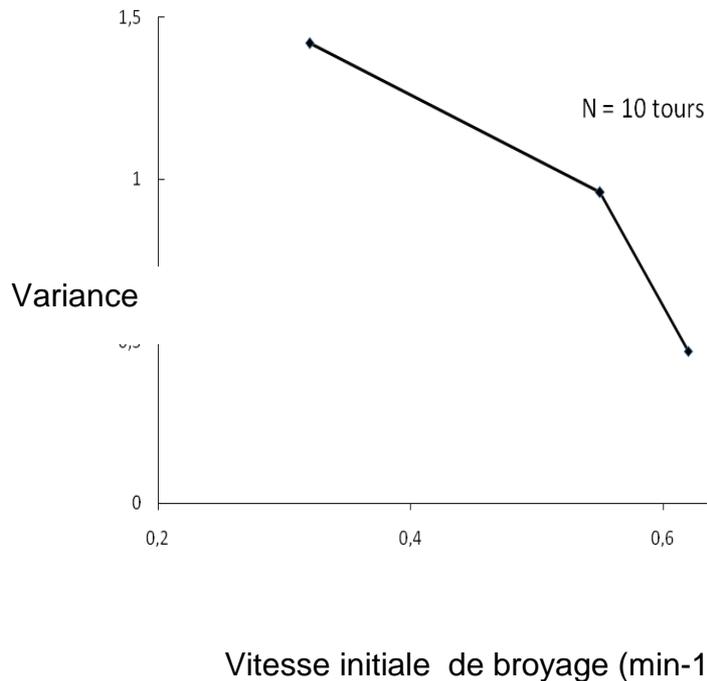


Figure 5.4 : Variance en fonction de la vitesse initiale de broyage

5.6 Influence de la vitesse initiale de broyage sur la cuisson

La rapidité avec laquelle le système physico-chimique, constitué par le mélange de matières premières porté à une certaine température, évolue vers son état final, définit son aptitude à la cuisson. L'aptitude à la cuisson intervient sur le débit du four, la consommation calorifique, la bonne tenue des réfractaires. Elle influence par la suite la broyabilité du clinker.

5.6.1 Perte au feu

Le chauffage du passant cumulé du tamis 200 μm , obtenu après 15 minutes de broyage des différentes classes granulométriques permet de représenter en figure

(5.5) le pourcentage de la perte au feu de la farine (perte de masse de H_2O et de CO_2 due à la déshydratation de l'argile et la décarbonatation des carbonates de calcium et de Magnesium) en fonction de la température. Quelque soit la classe granulométrique, la perte au feu augmente brusquement entre 800 et 1000°C, ensuite elle prend une constance pour

des températures supérieures. Rappelons que 1000 °C est la température de décomposition du carbonate de calcium pour laquelle la farine libère totalement la quantité de CO₂ contenue dans le CaCO₃. On constate aussi qu'il n'y a pas d'effet notable d'une vitesse initiale de broyage par rapport à une autre. Les farines produites présentent une allure similaire et des valeurs proches de la perte au feu.

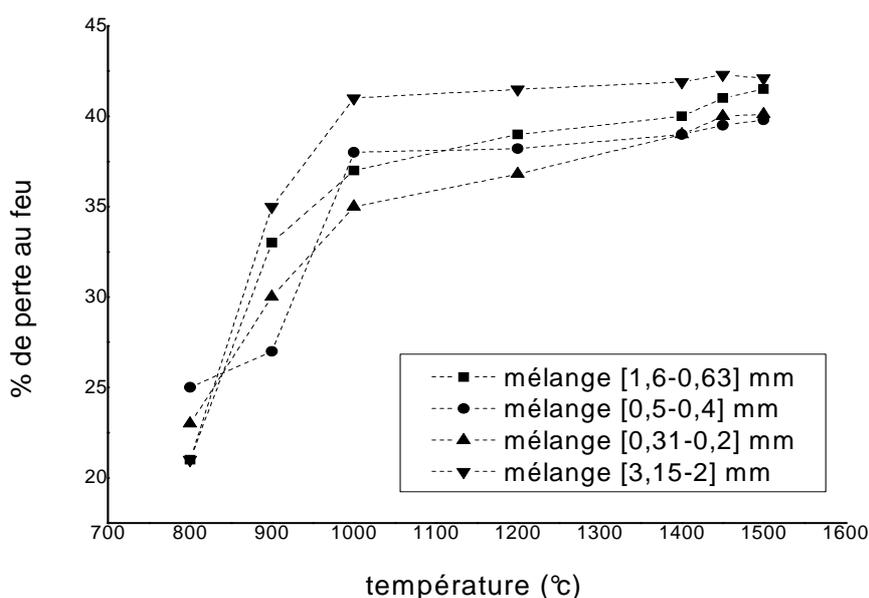


Figure V.5 : Perte au feu en fonction de la température

5.6.2 Réactivité

On peut suivre l'avancement des réactions par la diminution de la chaux libre de la farine en fonction de l'élévation de la température. Cette méthode est de caractère empirique mais permet de tester de façon pratique l'influence de la distribution de taille sur les réactions de combinaison de la chaux libre ainsi que la cinétique de ces réactions. Ainsi, le % de CaO libre est représenté en fonction de la température pour les farines obtenues par broyage des différentes classes granulométriques

(figure 5. 6). Il présente une augmentation jusqu'à une valeur maximale, atteinte après calcination totale, ensuite il diminue au fur et à mesure qu'il se combine aux autres oxydes. La formation de composés intermédiaires

complexes pauvres en CaO tels que le silicate monocalcique CaOSiO_2 et bicalcique 2CaOSiO_2 (C_2S); jusqu'à environ 1200°C n'est pas influencée par la finesse de la distribution de taille de particules. La classe granulométrique (1,6 – 0,36mm) présentant une valeur relativement grande de la fonction spécifique de sélection n'a pas une influence distincte. Au delà de 1200°C , la cinétique de formation des autres composés du clinker est quasiment la même, les valeurs de CaO libre son presque confondues.

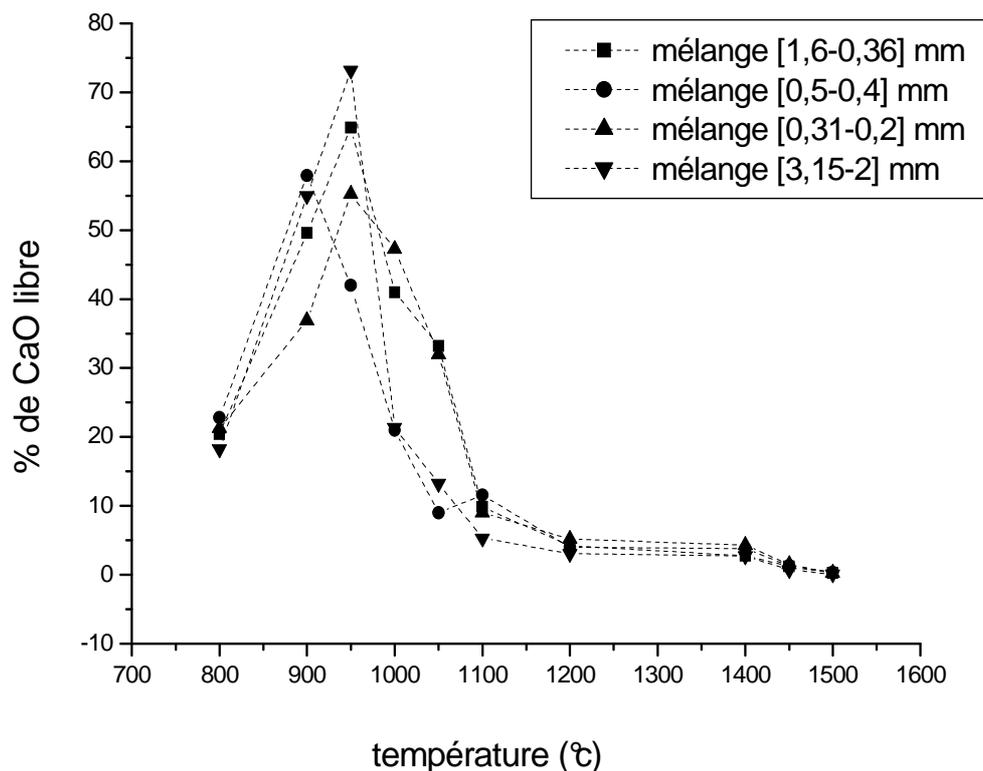


Figure 5.6. Pourcentage de CaO libre en fonction de la température

5.7 Conclusion

A travers ces résultats, on peut conclure que L'augmentation de la vitesse initiale de broyage permet d'accélérer l'homogénéité du mélange cru ce qui mènent à une meilleur clinkirisation.

CONCLUSION

Nous avons analysé le broyage discontinu en fonction de temps des matériaux d'un mélange cru à ciment (calcaire, argile, sable, minéral de fer et tuf) séparément aussi bien qu'une partie d'un mélange binaire, ternaire et quaternaire.

- L'étape de cuisson du clinker est fortement consommatrice d'énergie calorifique. Toute mesure de réduction de la dépense spécifique d'énergie calorifique, permettra de réduire la consommation du gaz naturel et donc de réduire les émissions de gaz à effet de serre associées.
- Le broyeur à boulets est le type de broyeur le plus répandu dans l'industrie cimentière pour obtenir une bonne réactivité de clinkérisation pour le mélange cru des matières premières.
- L'aptitude à la cuisson de la farine crue et par conséquent le débit du four et la qualité du clinker, dépendent du processus du broyage du mélange cru.
- La finesse désirée de la farine crue à ciment est toujours approchée par le refus au tamis 90, 100 ou 200 μ m. Cette taille caractéristique est ainsi utilisée pour approcher la distribution granulométrique du mélange cru lors du processus de broyage.
- Sur un plan cinétique, en se basant sur le modèle du bilan de population, nous avons constaté que la vitesse de disparition de taille des particules des mélanges en fonction de temps est admet une cinétique d'ordre 1. De même, la fonction spécifique de sélection est dépendante de la dimension des boulets, et présente un maximum spécifique pour une certaine taille de particules; alors que la fonction de distribution de broyage n'est pas complètement normalisable. De ce fait, elle est ajustée par l'ensemble des équations proposées par Austin et ses collaborateurs.

- L'analyse de la cinétique du broyage hétérogène montre que le modèle cinétique est capable de décrire les distributions granulométriques en fonction des dimensions et conditions opératoires du broyeur
Et que la cinétique du bilan de population ne se concentre pas
Uniquement au mélange binaire, considéré comme un matériau
Homogène spécifique.

- L'utilisation de la solution de Reid, sous forme de calcul matriciel, est satisfaisante pour prédire durant les premiers instants de broyage les distributions granulométriques obtenues pour différentes conditions de broyage

- L'augmentation de la vitesse initiale de broyage permet d'accélérer l'homogénéité du mélange cru qui mènent à une meilleur clinkirisation.

BIBLIOGRAPHIE

- 1. Touil D., Belaadi S., Chikhi S.,** Analyse de la performance exergetique du broyeur sécheur de la cimenterie de Sour El-Ghozlane (Algerie), 3^{eme} Confrence Maghrebine de Génie des Procèdes (COMAGEP 3), Tamanrasset, 10 - 13 Mai (1998).
- 2. Pliskin L.,** la fabrication du ciment, ciment français, Edition Eyrolis, Paris (1993).
- 3. Seidel G., Huckauf H., Jochen S.,** Technologie des ciments, chaux, plâtre : Processus et installations de cuisson, Septima, Paris (1980).
- 4. Cordonnier., Flament** broyage, mines et carrières (les techniques), France (1996).
- 5. Dreizler I., Schafer K.,** Fraction analyses for evaluating the heterogeneity of raw meals, translation ZKG No.9/90 (pp.445-451), septembre (1990).
- 6. Kakali G., Tsivilis S.,**The effect of intergrinding and separate grinding of cement raw mix on the burning process, laboratory of inorganic and analytical chemistry, 9 iron polytechniou str, 15773 athenes, Greece (july 1992).
- 7. Raina K., Janakiraman L.,** Use of mineralizer in black meal process for improved clinkerization and conservation of energy, national concil for cement and building materials P-21, south extension, part II, new delhi, India (may 1998).
- 8. Kolovos K .,** Waste ammunition as secondary mineralizing raw material in Portland cement production, laboratory of inorganic and analytical chemistry, 9 iron polytechniou str, 15773 athenes, Greece (september 2005).
- 9. Touil D., Belaadi S., Frances C.,** Investigation of the breakage kinetics of cement clinker in a ball mill using power input, 4th European Congress of Chemical Engineering Proceedings, Topic 8- 1, 21/ 25 September, Granada, Spain, (2003).
- 10. Touil D, Belaadi S.,** Diagramme exergetique du préchauffeur à cyclones de la cimenterie de Sour-El Ghozlane, Séminaire National de Génie des Procédés, Alger, 8,9 et 10 février (1994).
- 11. 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.
- 12. Touil D., Belaadi S., Bastide JP., Drissi K.,** Les bilans d'énergie et d'exergie dans l'industrie du ciment, Ciment, Béton, Plâtre et Chaux, 4, 815 (1995) 250-253.

13. **Touil D., Chikhi S., Boughedaoui M.,** Evaluation de la surconsommation énergétique dans la cimenterie de Meftah: Impact sur l'environnement, Journée mondiale de l'environnement, Alger, 20 juin (2000).
14. **Jac ques., Yvon.,** Fragmentation, techniques de l'ingénieur, A5060.
15. **Blazy P., El-aid j.,** Fragmentation (généralités, théorie), techniques de l'ingénieur, A5050.
16. **Jac ques., Yvon.,** Propriétés du solide, techniques de l'ingénieur, A5850.
17. **Delubac G.,** broyage, mines et carrières (les techniques), France 1996
18. **Schumann R.,** Principals of comminution size distribution TP1189 (1940).
19. **Rosin P., Rammler E.,** The laws governing of powder coal, oct (1973).
20. **Gaudin A.M., Meloy TG.,** Model and comminution distribution equation for single fraction, mars (1962) PP 40-43.
21. **Austin L.G et Bahtia V.K.,** Experimental methods for grinding studies in laboratory mills, Powder technology, 5, (1972) 261-266.
22. **Bond F. C.,** Grinding ball size selection, Min. Eng. 10 (1958) 592 – 594.
23. **Bond F.C.,** Crushing and grinding calculations-Part I, British Chemical Engineering, 6, (1961) 378-385.
24. **Epstein B.,** Logarithmico-Normal distribution in breakage of solids. Industrial and Engineering Chemistry, 40, 12, (1948) 2289-2291.
25. **Reid K.J.,** A solution to the batch grinding equation, Chem. Eng. Sc, 20, (1965) 953 – 963.
26. **Arbiter N. et Bharny U.N.,** Correlation of product size, capacity and power in tumbling mills, Trans. AIME, 217, (1960) 245.
27. **Herbst J.A. et Fuerstenau D.W.,** The zero order production of fine sizes in comminution and its implications in simulation, SME / AIME, 241, (1968) 538-548.
28. **Herbst J.A. et Fuerstenau D.W.,** Mathematical simulation of dry ball milling using specific power information, SME/ AIME, 254, (1973) 343-348.
29. **Austin L.G et Luckie P.T.,** Methods for determination of breakage distribution parameters, Powder technology, 5, (1971) 215-222.
30. **Austin L.G. et Brame K.,** A comparison of the Bond method for sizing wet tumbling ball mills with a size-mass balance simulation model, Powder Technology, 34, (1984) 261-274.

31. **Fuerstenau ., Sullivan .,** Analysis of the comminution of mixtures, the canadian journal of chemical engineering, april (1962).
32. **Fuerstenau ., Venkataraman .,** The comminution of multicomponent feeds under batch and locked-cycle conditions : kinetics, simulation and energy distribution, university of California, Berkeley Ca 94720 (USA) , august (1983).
33. **Fuerstenau D.W ., Abouzeid K .M.,** Grinding of mixture of minerals : kinetic and energy distribution, university of California, Berkeley (USA) part II pp415-427 (1986).
34. **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).
35. **Yan ., Eaton.,** Breakage properties of ore blends, dominion mining limited, MT.Morgans, western Australia , august (1993).
36. **Hosten ., Avsar.,** Grindability of mixtures of cement clinker and trass, Middle east technical university, 06531 Ankara, Turkey, august (1998).
37. **Hosten ., Ipek.,** Dry grinding kinetics of binary mixtures of ceramic raw materials by Bond milling, Middle east technical university, 06531 Ankara, Turkey, nov (2004).
38. **Austin L.G et Bahtia V.K.,** Experimental methods for grinding studies in laboratory mills, Powder technology, 5, (1972) 261-266.
39. **Deniz V.,** A study on the specific rate of breakage of cement materials in a laboratory ball mill, Cem.& Concr. Res. 33 (2003). 439 – 445.
40. **Austin L.G., Shoji K., Luckie P.T.,** The effect of balls size on mill performance, Powder Technology, 14, (1976 a) 71-79.
41. **Gupta V.K., Zouit H., Hodouin D.,** The effect of ball and mill diameters on grinding rate parameters in dry grinding operation, Powder Technology, 42, (1985) 199-208.
42. **Austin L.G., Bagga P., Celik M.,** Breakage properties of some materials in a laboratory ball mill, Powder Technology, 28, (1981) 235-241.
43. **Deniz V.,** Relationships between bond's grindability and breakage parameters of grinding kinetic on limestone, Powder Technology, 139(2002). 208 – 213.
44. **Herbst J.A. et Fuerstenau D.W.,** Mathematical simulation of dry ball milling using specific power information, SME/ AIME, 254, (1973) 343-348.

45. Deniz V., The effect of mill speed on kinetic breakage parameters of clinker and limestone, *Cem.& Concr. Res.*34 (2005). 1365 – 1371.

46. Danckwerts P.V., Theory of mixtures and mixing, *Research (London)* 6 (1953), 361-366

ANNEXES

1. Cinétique de broyage homogène et hétérogène

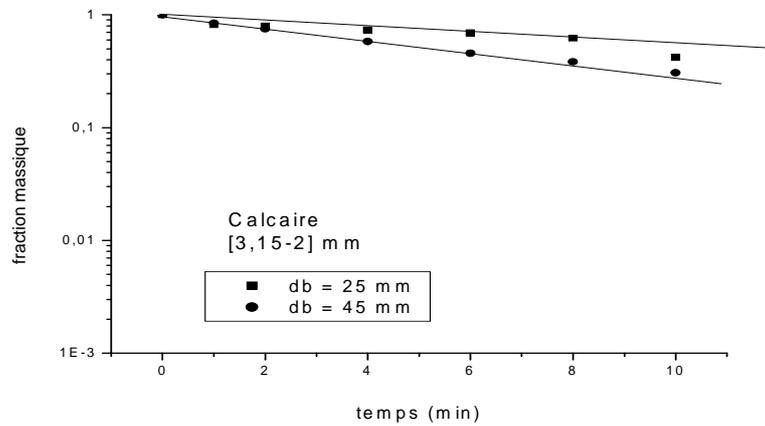


Figure 1 : Cinétique de broyage du calcaire

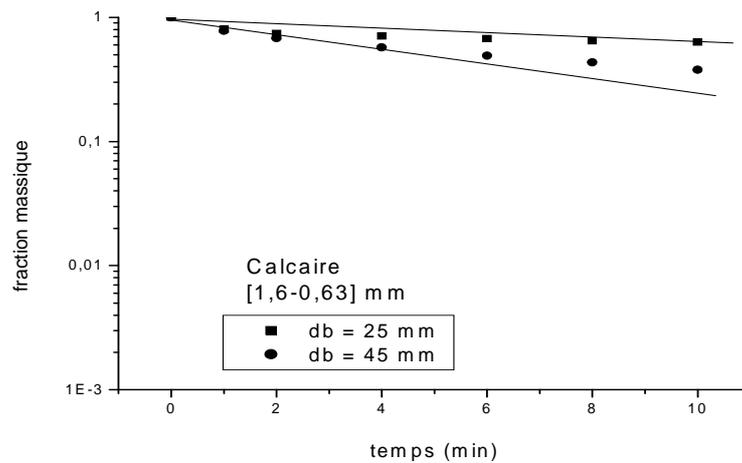


Figure 2 : Cinétique de broyage du calcaire

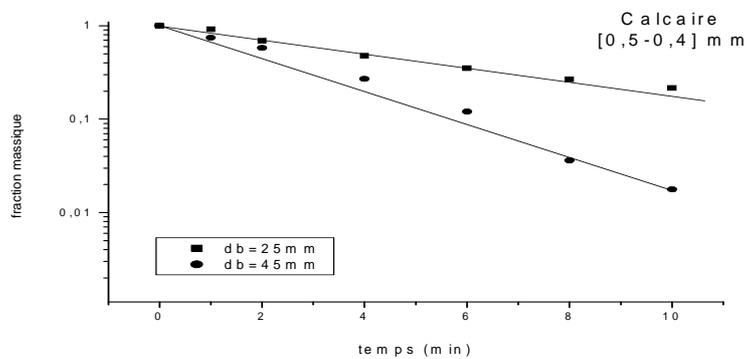


Figure 3 : Cinétique de broyage du calcaire

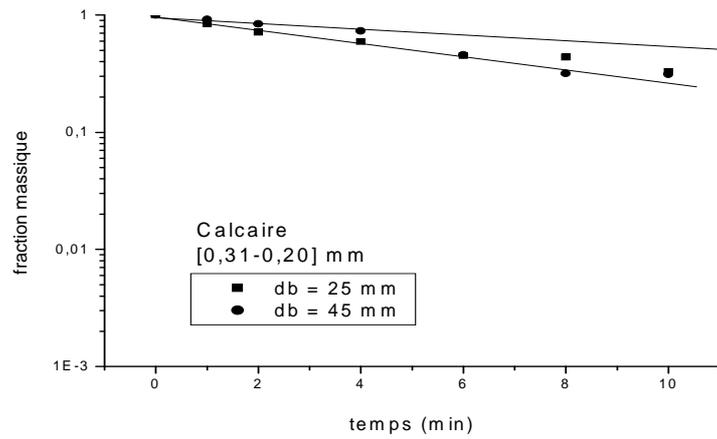


Figure 4 : Cinétique de broyage du calcaire

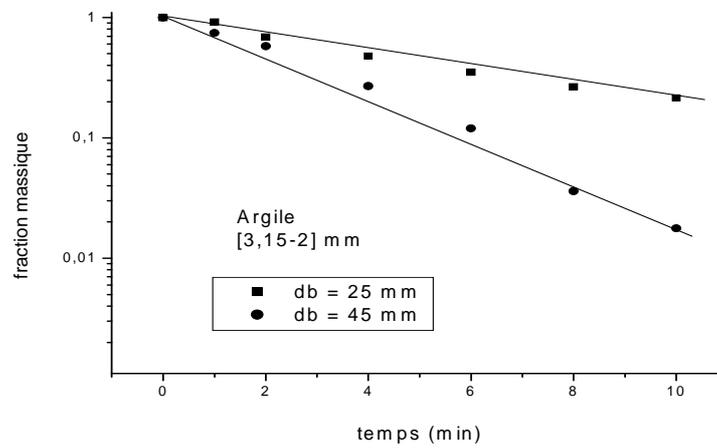


Figure 5 : Cinétique de broyage de l'argile

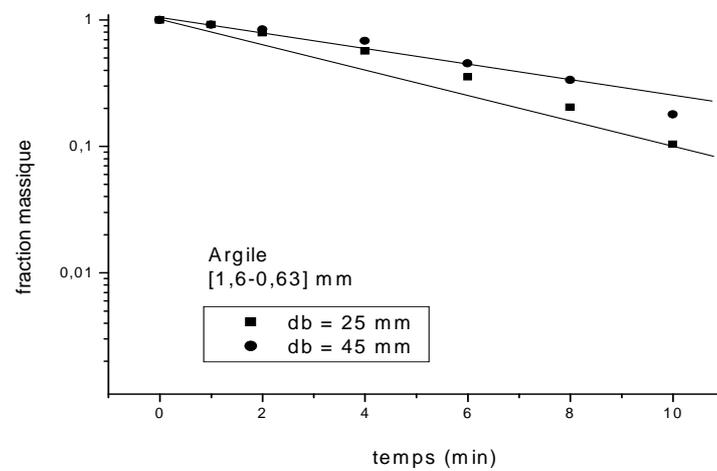


Figure 6 : Cinétique de broyage de l'argile

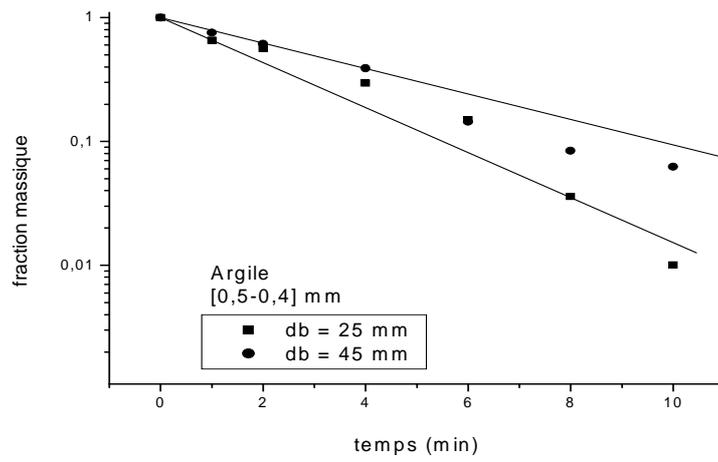


Figure 7 : Cinétique de broyage de l'argile

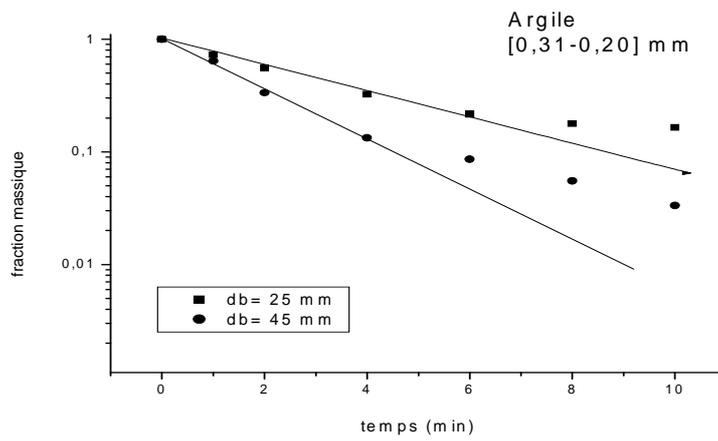


Figure 8 : Cinétique de broyage de l'argile

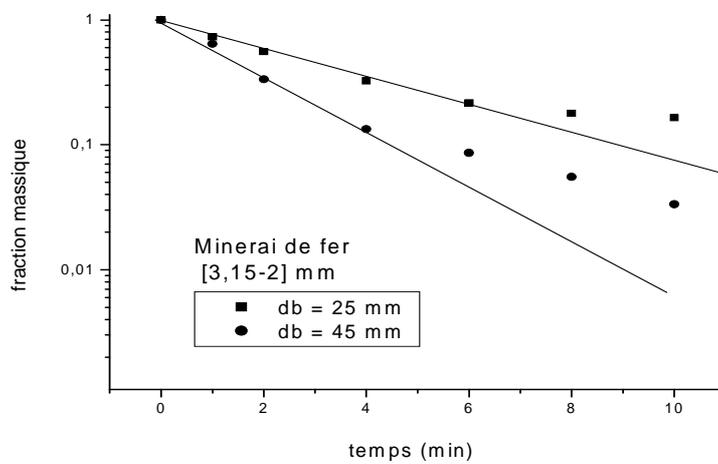


Figure 9 : Cinétique de broyage du minerai de fer

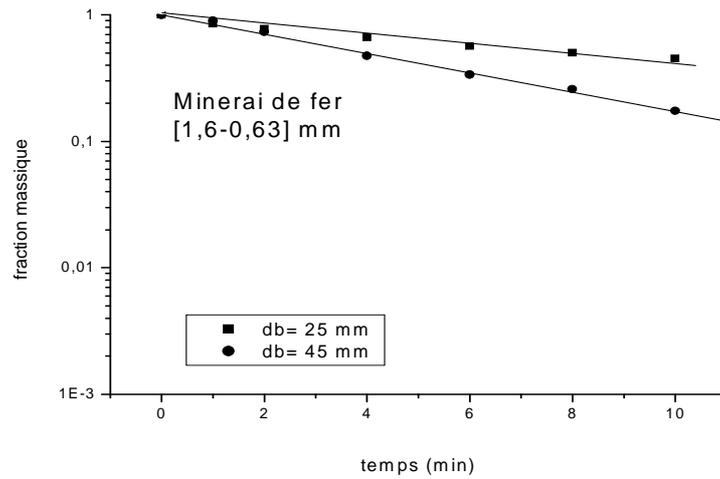


Figure 10 : Cinétique de broyage du minerai de fer

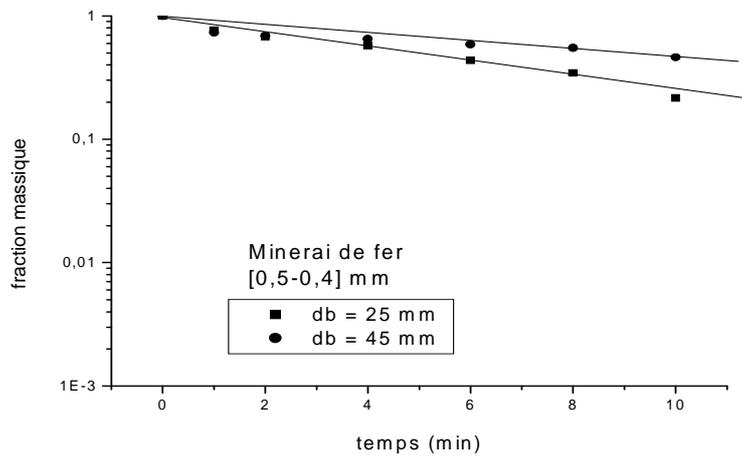


Figure 11 : Cinétique de broyage du minerai de fer

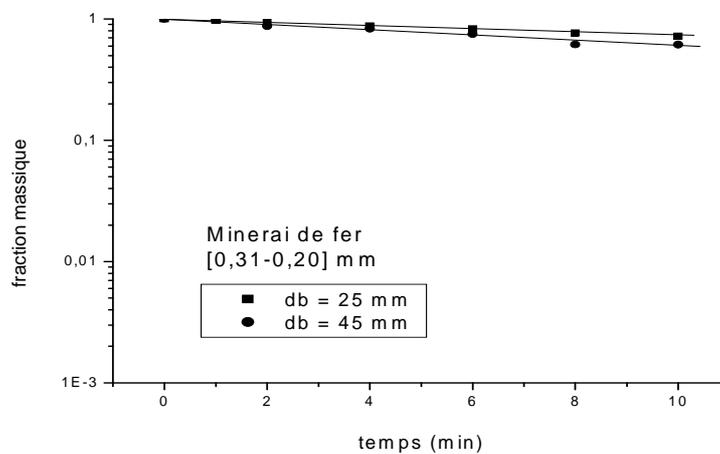


Figure 12 : Cinétique de broyage du minerai de fe

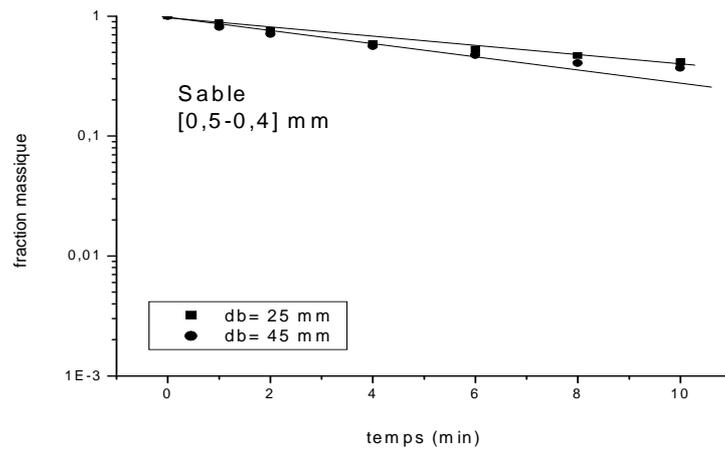


Figure 13 : Cinétique de broyage du sable

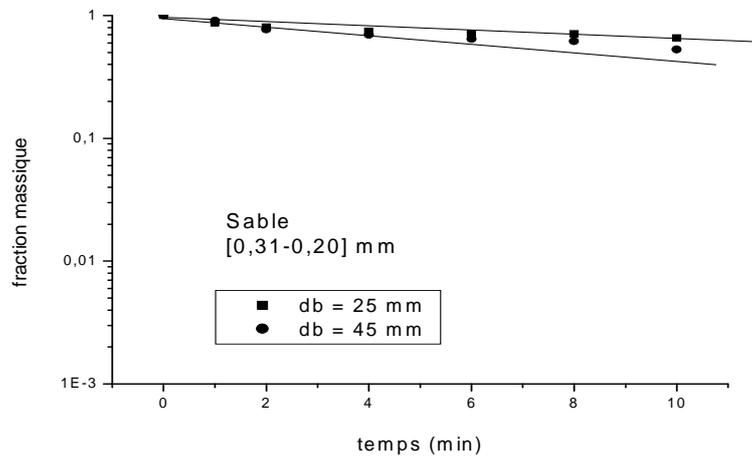


Figure 14 : Cinétique de broyage du sable

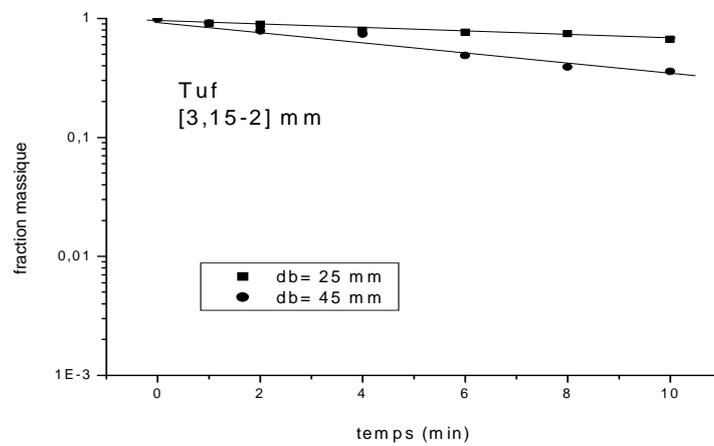


Figure 15 : Cinétique de broyage du tuf

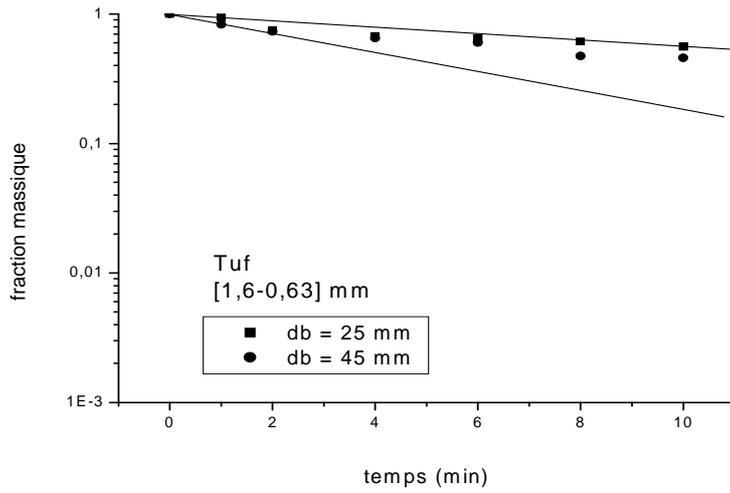


Figure 16 : Cinétique de broyage du tuf

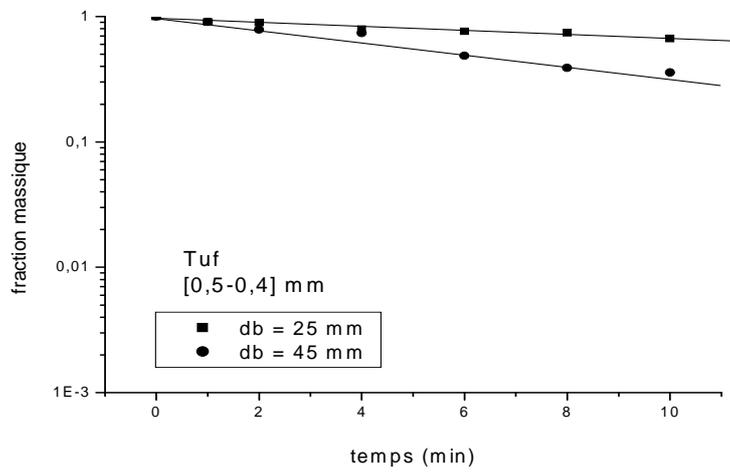


Figure 17 : Cinétique de broyage du tuf

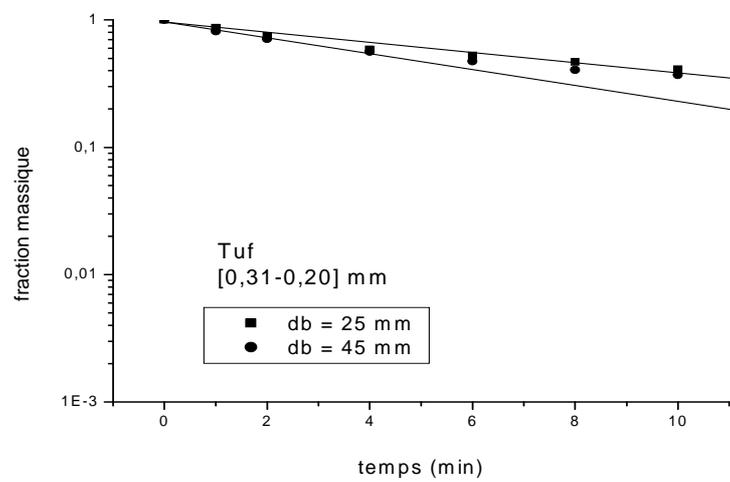


Figure 18: Cinétique de broyage du tuf

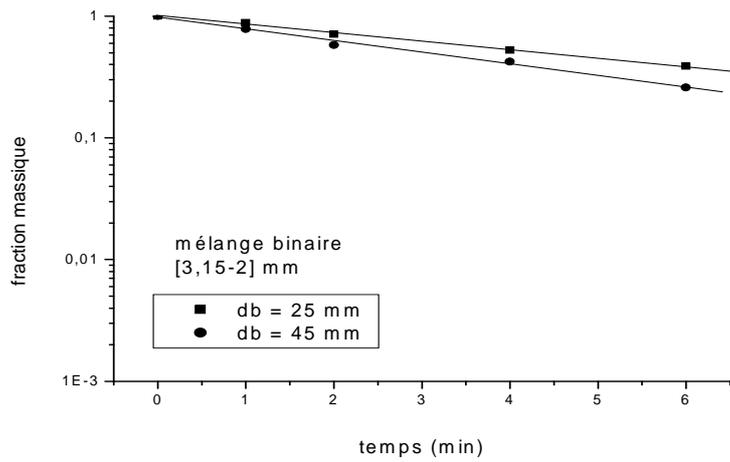


Figure 19 : Cinétiques de broyage d'un mélange binaire (80% calcaire et 20% argile)

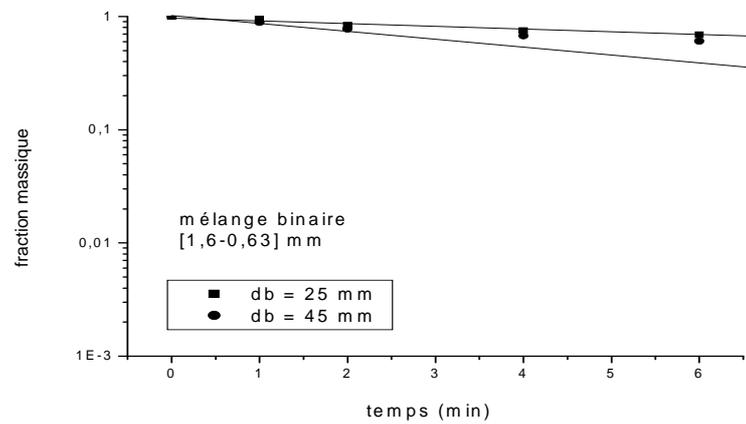


Figure 20 : Cinétiques de broyage d'un mélange binaire (80% calcaire et 20% argile)

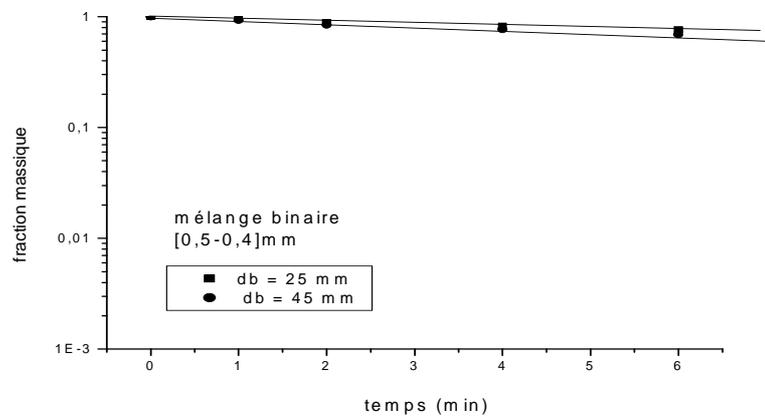


Figure 21 : Cinétiques de broyage d'un mélange binaire (80% calcaire et 20% argile)

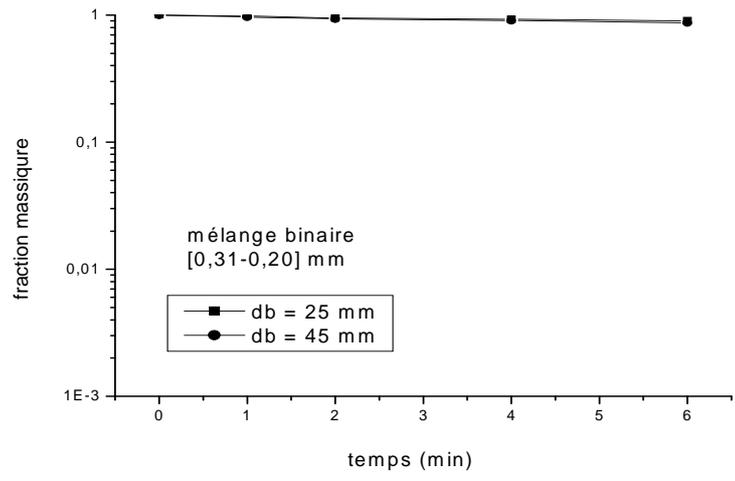


Figure 22 : Cinétiques de broyage d'un mélange binaire (80% calcaire et 20% argile)

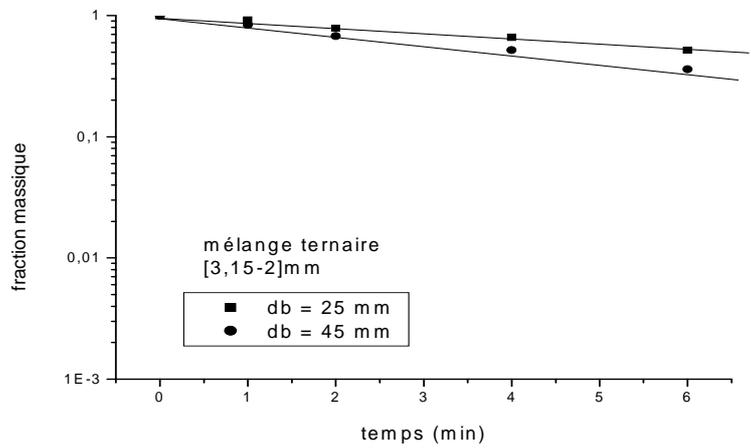


Figure 23 : Cinétiques de broyage d'un mélange ternaire (80% calcaire ,16% tuf et 4% minerai de fer)

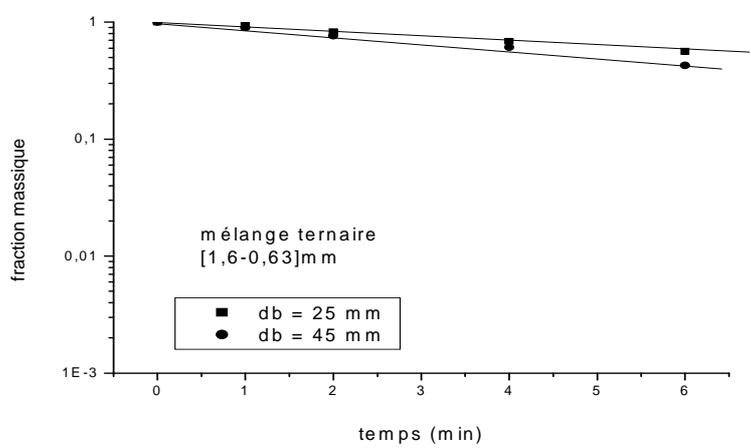


Figure 24 : Cinétiques de broyage d'un mélange ternaire (80% calcaire ,16% tuf et 4% minerai de fer)

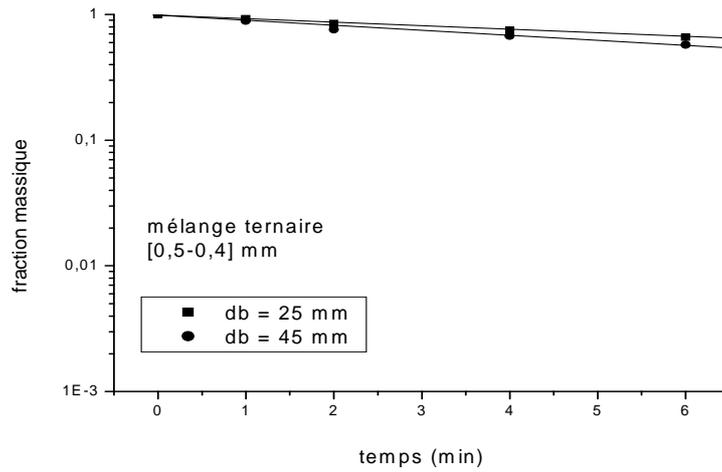


Figure 25 : Cinétiques de broyage d'un mélange ternaire (80% calcaire ,16% tuf et 4% minerai de fer)

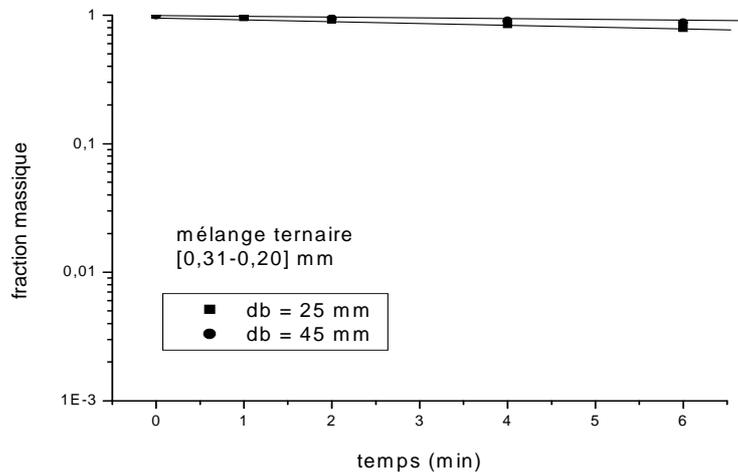


Figure 26 : Cinétiques de broyage d'un mélange ternaire (80% calcaire ,16% tuf et 4% minerai de fer)

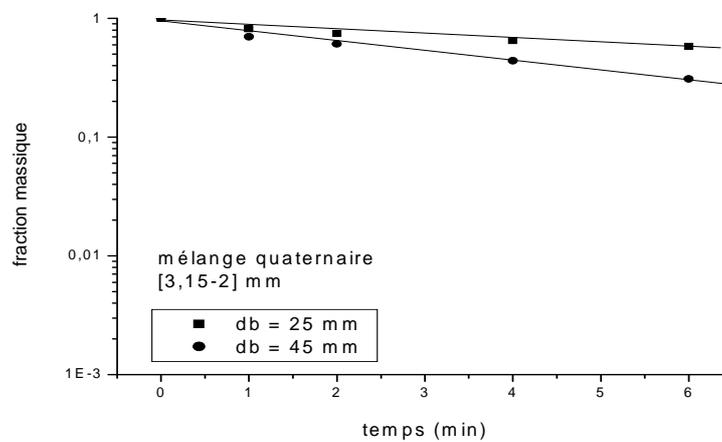


Figure 27 : Cinétiques de broyage d'un mélange quaternaire (80% calcaire ,14% argile, 4% sable et 2% minerai de fer)

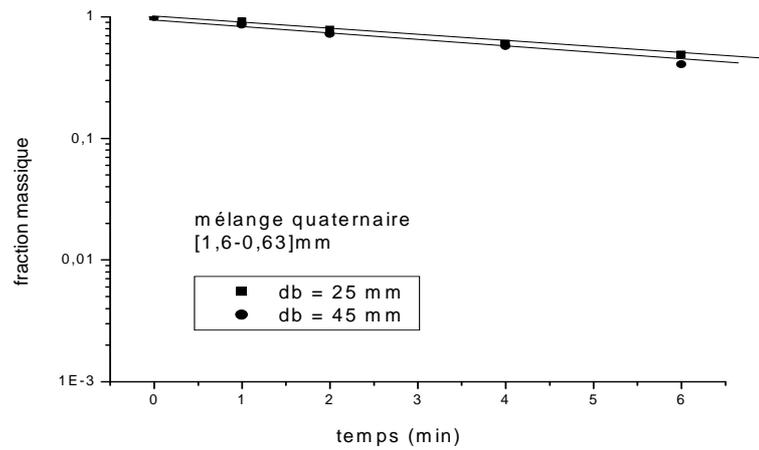


Figure 28 : Cinétiques de broyage d'un mélange quaternaire (80% calcaire ,14% argile, 4% sable et 2% minerais de fer)

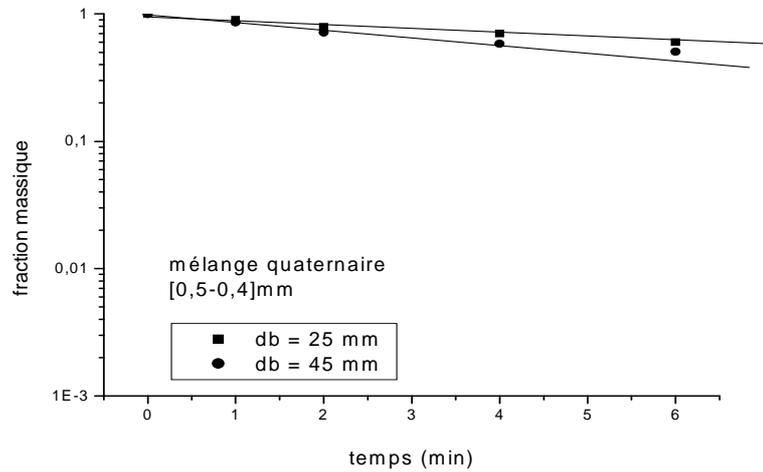


Figure 29 : Cinétiques de broyage d'un mélange quaternaire (80% calcaire ,14% argile, 4% sable et 2% minerais de fer)

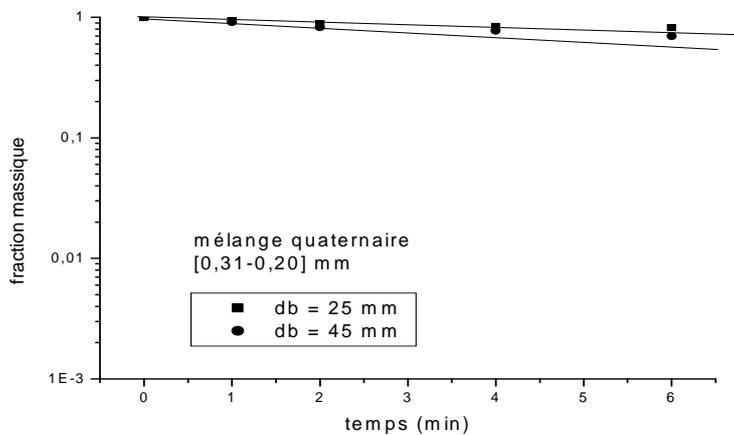


Figure 30 : Cinétiques de broyage d'un mélange quaternaire (80% calcaire ,14% argile, 4% sable et 2% minerais de fer)

2. Paramètres de la cinétique de broyage homogène et hétérogène (Si et Bij)

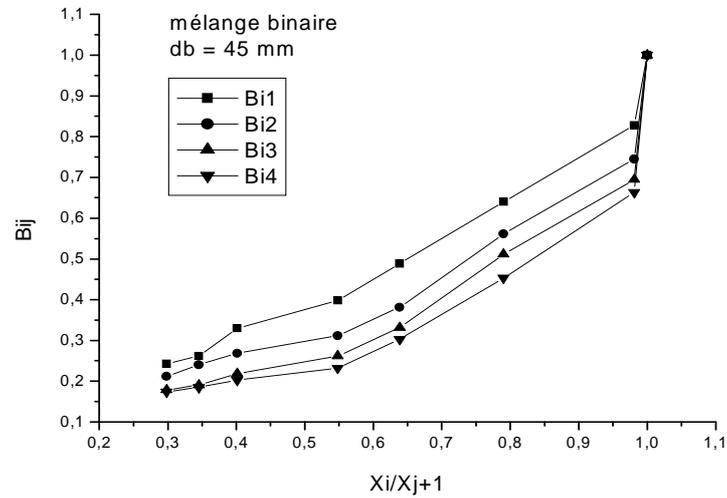


Figure 31 : Fonction de distribution de broyage d'un binaire (80% calcaire et 20% argile)

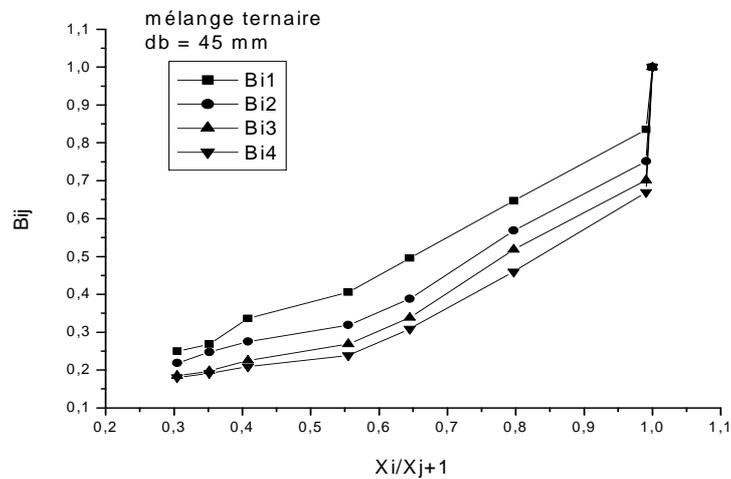


Figure 32 : Fonction de distribution de broyage d'un mélange ternaire (80% calcaire, 16% tuf et 4% minerai de fer)

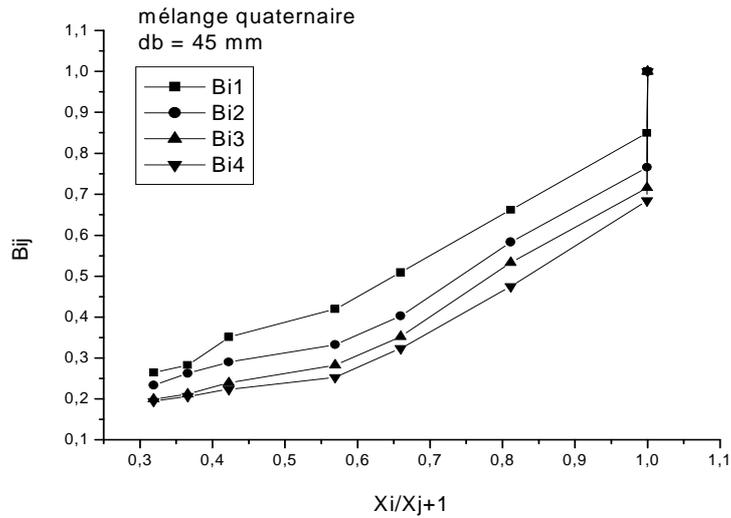


Figure 33 : Fonction de distribution de broyage d'un mélange quaternaire (80% calcaire ,14% argile, 4% sable et 2% minerais de fer)

3. Comparaison des distributions de taille expérimentales et calculées par le modèle du bilan de population d'un matériau homogène et hétérogène

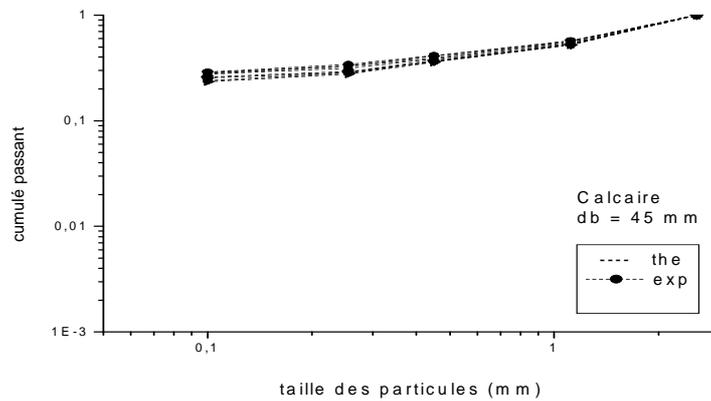


Figure 34 : Comparaison entre les fraction massiques expérimentales et calculées du calcaire

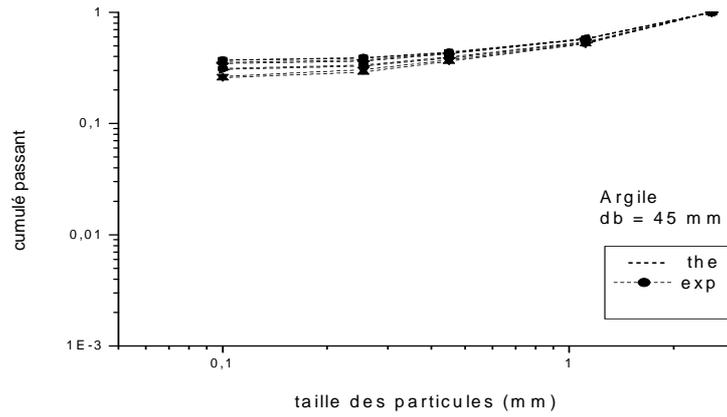


Figure 35 : Comparaison entre les fraction massiques expérimentales et calculées de l'argile

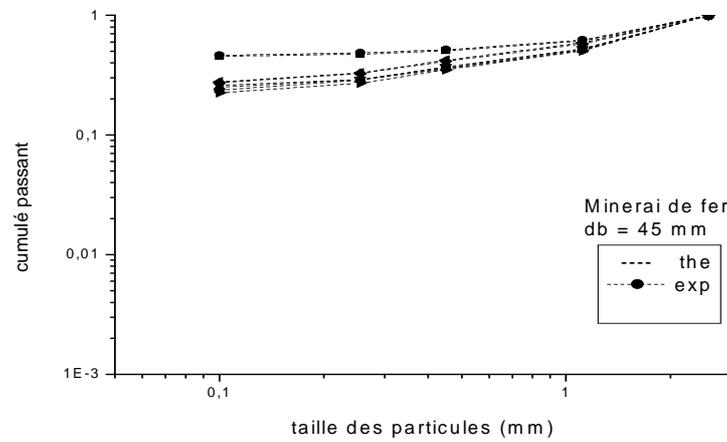


Figure 36 : Comparaison entre les fraction massiques expérimentales et calculées du minerai de fer

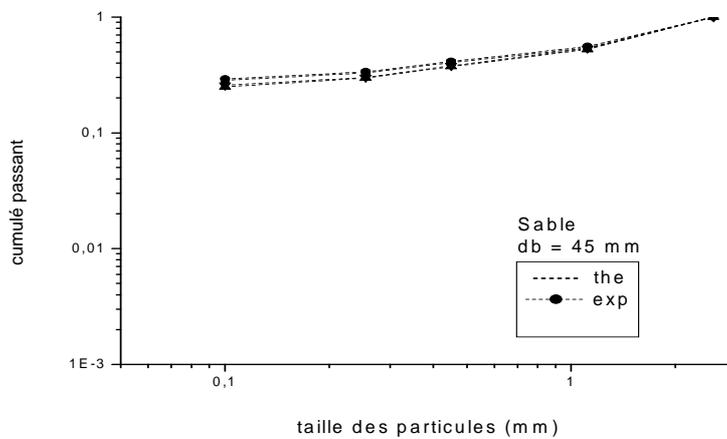


Figure 37 : Comparaison entre les fraction massiques expérimentales et calculées du sable

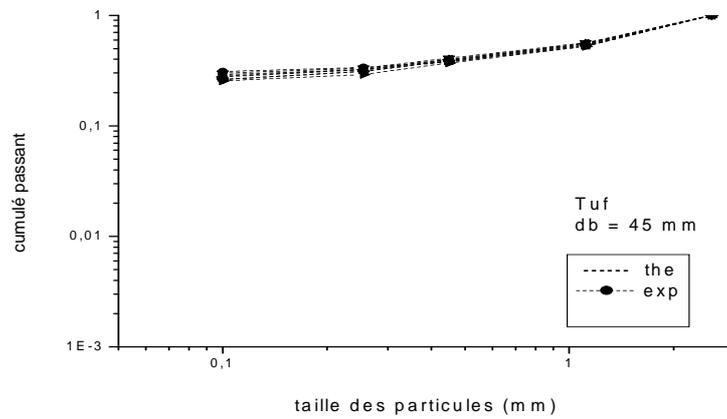


Figure 38 : Comparaison entre les fraction massiques expérimentales et calculées du tuf

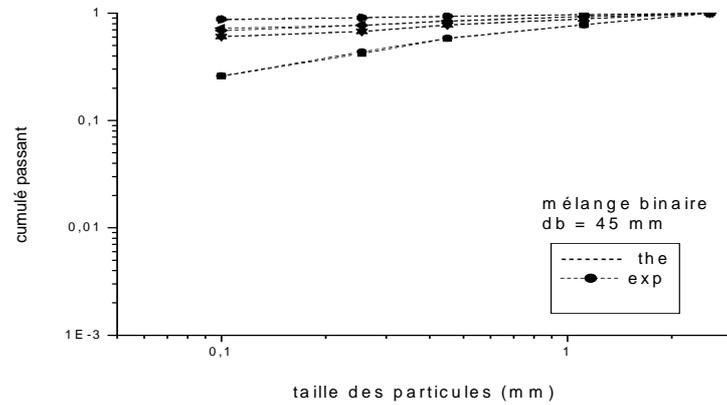


Figure 39 : Comparaison entre les fraction massiques expérimentales et calculées d'un mélange binaire (80% calcaire et 20% argile)

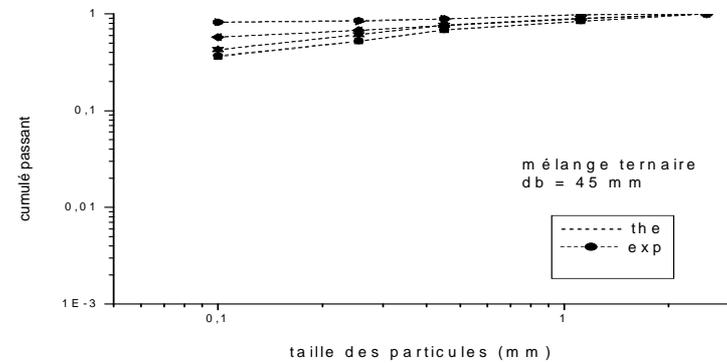


Figure 40 : Comparaison entre les fraction massiques expérimentales et calculées d'un mélange ternaire (80% calcaire ,16% tuf et 4% minerai de fer)

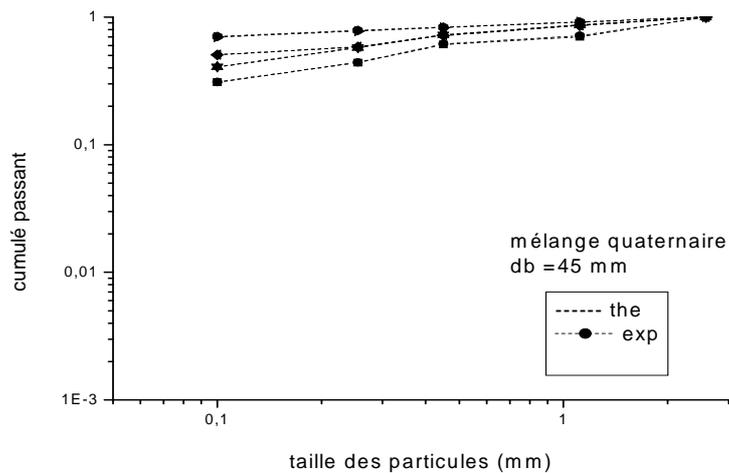


Figure 41 : Comparaison entre les fraction massiques expérimentales et calculées d'un mélange quaternaire (80% calcaire ,14% argile, 4% sable et 2% minerai de fer)

4. Analyse chimique

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

La perte au feu est constituée de H₂O, CO₂ et les matières volatiles contenues dans la matière.

On pèse 1g 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 °C pendant 20 mn. La perte du poids jusqu'à 1000 °C, représente la perte au feu de l'échantillon.

- **Dosage de la silice (SiO₂)**

Le dosage de la silice se fait par la fusion alcaline qui consiste en la fusion de l'échantillon à analyser par l'ajout du fondant bicarbonates de sodium Na₂CO₃.

On prend 1 g de la matière première, on le met dans un creuset en platine, on lui ajoute 4 à 5 g de Na₂CO₃ qui est une poudre fondante, on mélange les deux matières et on les couvre par un excès de Na₂CO₃ et on met le tout dans un four à moufle à 1000 °C pendant 20 min. Le Na₂CO₃ 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 Na_2CO_3 . On ajoute au creuset 5 ml de l'acide perchlorique (HClO_4) et 5 ml de 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 sur un bain de sable. Après un certain instant, on verse le contenu du creuset dans la 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 H_2O , HCl et 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 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 et il sert pour le dosage de 4 oxydes qui sont CaO, Al_2O_3 , Fe_2O_3 et MgO, par contre la silice solide est récupérée par le filtre. La calcination du filtre et de son contenu pendant 20 min dans un four à moufle porté à 1000 °C, permet de déduire la teneur de la silice dans la matière première.

- **Dosage des oxydes CaO, Al_2O_3 , Fe_2O_3 et 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 (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 NaOH pour régler le pH et 10 à 15 ml de tri-éthanol-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.

- 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 NH_4OH pur (environ 10 ml) jusqu'au virage jaune et on ajoute 30 ml de TEA et quelques gouttes de l'indicateur de MgO, ce qui va

nous donner une couleur violette. Enfin, on titre par l'EDTA jusqu'au virage à l'incolore.

-Fe₂O₃ : 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 NH₄OH 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.

-Al₂O₃ : On chauffe la solution avec laquelle on a déjà titré le Fe₂O₃ et on lui ajoute quelques gouttes de l'acétate d'ammonium CH₃COONH₃, 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-2naphthol) 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.

5. Clinkérisation du mélange cru

Cette partie a été effectuée au laboratoire de traitement des eaux à l'école national de l'eau nous nous intéressons à l'influence de la vitesse initiale de broyage sur l'aptitude à la clinkérisation du mélange cru.

▪ Perte au feu

Les quantités de H₂O et de CO₂ contenues dans les argiles et les carbonates constituent la perte au feu totale du mélange cru. L'échantillon est porté dans des creusets en porcelaine et introduit dans un four à 1000°C pendant 1heure pour permettre la déshydratation complète des argiles et la décarbonatation du carbonate de calcium et de magnésium.

▪ Clinkérisation

L'échantillon est introduit dans le four de cuisson du laboratoire sous forme de pastille dans un creuset en platine. Il est porté à différentes températures suivant le palier de cuisson suivant :

1200°C pendant 10 min, 1300°C pendant 15 min, 1400°C pendant 20 min, 1450°C pendant 30 min. Le creuset est enfin refroidi par une trempe à l'air ambiant et le clinker obtenu est recueilli pour le broyer et l'analyser.

▪ Dosage de la chaux libre

La chaux libre est la quantité de chaux non combinée aux autres constituants minéralogiques du clinker. Une teneur excédent 1,5 à 2% peut être dangereuse pour le ciment car elle provoque des gonflements et des fissurations dans le béton.

Le principe de sa détermination est basé sur le dosage du glycollate de calcium formé par addition de l'éthylène glycol à la solution. On pèse 1 g d'échantillon et on le met dans un erlenmeyer et on lui ajoute 50 ml de l'éthylène glycol. On chauffe le mélange dans un bain de sable à une température comprise entre 65 et 70°C pendant 30 min. La filtration sous vide est employée pour séparer le filtrat et le précipité ainsi formé. On ajoute au filtrat, parfaitement limpide, 5 gouttes d'indicateur de vert de tromocrésol à 1%. Enfin on titre la solution avec HCl (0.1N) jusqu'à ce que la couleur passe du bleu au jaune.

6. Programme de REID (solution du model de bilan de population)

```
program reid;
var n,i,j,k:integer;
    Tfinal,deltaT,t,some1,some2:real;
    b,h:array [1..50,1..50] of real;
    s,expo,m,m0:array[1..50] of real;
begin

                                {declaration des donnees}
    write('entrer les donnees suivantes');
    write('n=');
    read(n);
    write('deltaT=');
    read(deltaT);
    write('Tfinal=');
    read(Tfinal);
    for i:=1 to n do
    begin
        for j:=1 to n do
        begin
            write ('b[' ,i ,',',j ,']=');
            read(b[i,j]);
        end;
    end;
    for i:=1 to n do
    begin
        write('s[' ,i ,']=');
```

```

read(s[i]);
end;
for i:=1 to n do
begin
write('m0['',i,']');
read(m0[i]);
end;
      {calcul de la fraction massique en fonction du temps}
for i:=1 to n do
begin
for j:=1 to i do
begin
if i<j then
begin
begin
h[j,i]:=0;
end;
if i=j then begin
some1:=0;
for k:=1 to i-1 do
begin
some1:=some1+h[k,i];
end;
h[j,i]:=M0[i]-some1;
end;
if i>j then begin
some2:=0;
for k:=j to i-1 do
begin
some2:=some2+(s[k]*b[i,k]*h[j,k]);
end;
h[j,i]:=1/(s[i]-s[j])*some2;
end;
end;
end;
end;
t:=deltat;
while t<=Tfinal do
begin
for i:=1 to n do
begin
expo[i]:=exp(-s[i]*t);
end;
      {le produit matricielle}
for i:=1 to n do
begin
for j:=1 to n do
begin
m[i]:=0;
end;
end;
end;
for i:=1 to n do

```

```
begin
  for j:=1 to n do
    begin
      m[i]:=m[i]+(h[j,i]*expo[j]);
    end;
  end;
  {affichage des r,sultats}
  writeln('les r,sultats pour t=',t);
  for i:=1 to n do
    begin
      write('m[' ,i, ']=' ,m[i]:2:6);
    end;
  t:=t+deltaT;
end;end
```

