

30378
1997
526

THESE

Spécialité : GENIE CIVIL

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

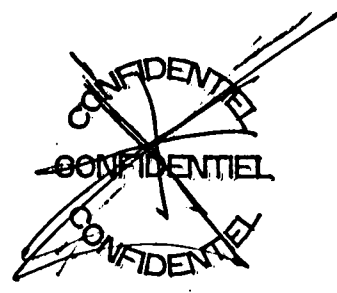
Pour obtenir le grade de
DOCTEUR de l'UNIVERSITE de LILLE

par Fabrice DRONSART

Sujet:

COMPREHENSION ET EVALUATION DU COMPORTEMENT DES MATERIAUX GRANULAIRES LORS DU BROYAGE PAR COMPRESSION. APPLICATION AU CAS DU BROYAGE PAR MULTICOMPRESSION.

TIRAGE PROVISOIRE



Sommaire

Introduction générale.....	1
Notations principales.....	2
I. Chapitre 1 : Etude bibliographique.....	3
I.1. Position du problème	3
I.1.1. Industrie et broyage.....	3
I.1.2. Nouveaux types de broyeurs	5
I.1.3. Motivations de l'étude	6
I.2. De la micro fissure aux fragments macroscopiques.....	7
I.2.1. Description des mécanismes de fragmentation.....	7
I.2.2. Caractérisation de la taille des fragments générés	8
I.3. Etude du broyage par compression.....	9
I.3.1. Etat des contraintes dans les broyeurs industriels.....	9
I.3.2. Dispositifs expérimentaux de laboratoire et conditions expérimentales.....	10
I.3.3. Evaluation de la granulométrie des produits compactés	11
I.4. Résultats expérimentaux.....	12
I.4.1. Rhéologie des matériaux, relation pression compacité.....	12
I.4.2. Notion d'efficacité de broyage	14
I.5. De la modélisation au dimensionnement.....	15
I.5.1. Méthodes globales.....	15
I.5.2. Lois énergétiques	15
I.6. Formalisme de modélisation des processus de broyage.....	17
I.6.1. Fonction de vitesse de broyage, cinétique de disparition des particules.....	17
I.6.2. Fonction de broyage, cinétique d'apparition des particules	18
I.6.3. Equation de broyage en mode batch	18
I.6.4. Hypothèses sous-jacentes à l'équilibre massique par tranches	19
I.6.5. Distribution des temps de séjour.....	19
I.6.6. Equations globales de broyage.....	20
I.7. Identification des paramètres.....	21
I.7.1. Fonction de sélection S, hypothèse de premier ordre	21
I.7.2. Fonction de broyage B	24
I.7.3. Loi d'écoulement des matériaux dans un broyeur.	26
I.7.4. Calcul des paramètres.	26
I.7.5. Approche globale de la modélisation.....	26
I.8. Modélisations dans le cas du broyage par compression.....	27
I.9. Conclusions.....	32
II. Chapitre 2: Méthodologie expérimentale et premiers essais.	34
II.1. Introduction	34
II.2. Description de la cellule et du type d'essai	34

II.3. Présentation du système de chargement.....	35
II.4. Présentation des résultats.....	36
II.4.1. Formulation de la relation pression compacité.....	36
II.4.2. Etalonnage du dispositif expérimental et incertitudes.....	38
II.5. Matériaux utilisés dans l'étude	39
II.6. Produits obtenus après compression	39
II.6.1. Introduction.....	39
II.6.2. Désagglomération des produits.....	40
II.6.3. Reproductibilité de la méthode de désagglomération.....	44
II.7. Etude de la reproductibilité des essais	47
II.7.1. Tests de reproductibilité de la courbe pression compacité	47
II.7.2. Reproductibilité des granulométries générées	50
II.8. Etude de l'effet du confinement	52
II.9. Conclusions	55

III. Chapitre 3: Essais sur tranches.....57

III.1. Introduction	57
III.2. Méthodologie expérimentale.	57
III.2.1. Transposition au cas du broyage par compression.....	57
III.2.2. Réalisation et choix des tranches granulométriques.....	58
III.3. Expression de la fraction broyée.....	60
III.3.1. Formulation de la fraction broyée	60
III.3.2. Résultats de la littérature	60
III.4. Essais de compressions sur tranches.....	65
III.4.1. Présentation des résultats.....	65
III.4.2. Cas particulier de la tranche 80-100 μm	67
III.4.3. Evolution des refus dans la tranche initiale.....	68
III.5. Identification des paramètres de la fraction broyée.....	70
III.6. Conclusions.	75

IV. Chapitre 4: aspect rhéologique des matériaux granulaires.....77

IV.1. Introduction.....	77
IV.2. Etude de la rhéologie lors des essais sur tranches.	77
IV.2.1. Etude des relations pression compacité associées aux tranches.....	77
IV.3. Etude des apports énergétiques associés aux essais sur tranches.....	81
IV.3.1. Comparaison des relations pression compacité des essais sur tranches.....	82
IV.3.2. Etude des compacités dans le cas des essais sur tranches.....	83
IV.3.3. Etude des apports énergétiques associés aux essais sur tranches.....	84
IV.4. Essais sur mélanges de tranches.	85
IV.5. Essais sur étendues granulaires.....	87
IV.5.1. Etude des relations pression compacité dans le cas des essais sur étendues granulaires.	87

IV.5.2. Etude des compacités dans le cas des essais sur étendues granulaires.....	89
IV.5.3. Apports énergétiques associés aux essais sur étendues granulaires.....	90
IV.6. Essais sur étendues granulaires réelles	91
IV.6.1. Réalisation des distributions	91
IV.6.2. Résultats des essais	92
IV.7. Conclusions	94
V. Chapitre 5 : Essais de multicompression	96
V.1. Position du problème.....	96
V.2. Méthodologie expérimentale.....	96
V.3. Réduction granulométrique dans les processus de multicompression	97
V.4. Evolution du comportement des matériaux	100
V.4.1. Apports énergétiques dans les essais multicompression	100
V.4.2. Evolution des compacités dans les cycles de multicompression.....	103
V.5. Linéarité dans les processus de broyage par compression et multicompression	104
V.5.1. Vérification l'hypothèse de premier ordre.....	105
V.5.2. Etude de la linéarité du broyage par compression.....	106
V.5.3. Etude de la linéarité du processus de broyage par multicompression	112
V.6. Conclusions	113
Conclusions générales	115
Table des illustrations	117
Références bibliographiques	120

Introduction générale

La réduction granulométrique des matériaux en poudre intéresse de nombreuses industries à des titres très divers. Dans la majorité des cas, le coût énergétique lié aux processus de broyage motive la recherche d'une efficacité maximale. Les récents travaux réalisés dans cette voie ont conduit à l'émergence du procédé de broyage par compression. Cette technique de broyage consiste à comprimer très fortement un lit de matériaux entre deux pièces mécaniques. L'avantage majeur de cette technique est l'augmentation de l'efficacité de broyage comparativement aux broyeurs couramment utilisés jusqu'à présent.

La société FCB, équipementier et fournisseur d'installations clés en main dans le domaine de la cimenterie et de la minéralurgie, a développé deux nouveaux broyeurs basés sur une extension de ce principe, la multicompression. Les matériaux ne subissent plus une seule compression de grande intensité mais plusieurs d'intensité moindre. L'optimisation du fonctionnement de ces broyeurs et du procédé des ateliers qui les mettent en oeuvre nécessitent une meilleure compréhension des lois physiques mises en jeu lors de la compression des matériaux granulaires. C'est ce qui fait l'objet de ce travail de thèse réalisée en collaboration avec le laboratoire de mécanique de Lille.

Dans les broyeurs basés sur les principes de la compression et de la multicompression, les caractéristiques rhéologiques du lit de matériau sont prépondérantes. Elles conditionnent directement la puissance absorbée par la matière et le débit de la machine. Il apparaît donc important d'entreprendre l'étude du comportement des matériaux granulaires lors de la compression dans les broyeurs. Nous montrerons que les résultats de la littérature ne sont pas suffisants pour mener à bien cette étude. Nous nous attacherons donc à dégager une démarche expérimentale en vue d'identifier des données physiques qui doivent nous permettre de mieux comprendre les mécanismes régissant les déformations lors de la compression des matériaux granulaires.

Un autre aspect de l'étude entreprise concerne l'évolution de la granulométrie des produits. En effet, dans la majorité des cas, le produit fini doit avoir des caractéristiques dimensionnelles précises comme un refus à une maille de tamis donnée. Ainsi, une estimation correcte de l'évolution de la granulométrie des produits au cours du processus de broyage est nécessaire. Ceci impose de ne pas se satisfaire de résultats globaux comme ceux fournis par les lois énergétiques, et motive une modélisation plus rationnelle des divers appareils constituant un atelier en terme d'évolution de la granulométrie. Un des objectifs de ce travail est de faire l'acquisition de données en vue d'une meilleure compréhension de la cinétique du broyage par compression. Nous estimerons dans quelle mesure et sous quelles hypothèses la méthodologie de modélisation couramment utilisée dans le cas de broyeurs à boulets est transposable au cas du broyage par compression puis nous étudierons le cas du broyage par multicompression.

Notations principales

b_{ij}	fonction de broyage, elle exprime la distribution des matériaux broyés de la tranche j dans les tranches i inférieures
B_{ij}	forme cumulée de la fonction de broyage
β	facteur de forme dans la formulation de la fraction des particules quittant une tranche après compression
c	compacité
c_0	compacité initiale
E	énergie
E_B	énergie spécifique de broyage selon Bond
E_s	énergie massique
E_{mc}	paramètre de la formulation de la fraction des particules quittant une tranche après compression
f_i	fraction de matériau dans la tranche i à l'alimentation
$M_i(t)$	fraction massique de matériau dans la tranche i à l'instant t
P	pression
P_{max}	pression maximale
p_i	fraction de matériau dans la tranche i du produit fini
p	fraction des particules quittant une tranche après compression
p_{inf}	valeur limite de la fraction des particules quittant une tranche après compression
S_i	vitesse de broyage des particules de la tranche i . Selon certains auteurs S exprime aussi la fraction des particules quittant une tranche après compression.
x_i	borne supérieure d'un intervalle de taille de particules

I. Chapitre 1 : Etude bibliographique

I.1. Position du problème

I.1.1. Industrie et broyage

La réduction granulométrique des matériaux en poudre intéresse de nombreuses industries à des titres très divers. Pour les unes, il s'agit de développer la surface de la matière pour faciliter les réactions, comme par exemple en cimenterie où l'opération de broyage est nécessaire à différents niveaux du processus de réalisation du ciment (broyage du cru avant la cuisson, mais aussi broyage du mélange clinker gypse et ajouts pour obtenir du produit fini). Pour d'autres industries il s'agit avant tout de faciliter la séparation ultérieure de phases différentes (cas des minerais). Dans d'autres cas encore il est nécessaire de conférer des propriétés morphologiques ou dimensionnelles bien spécifiques aux produits: cas des suspensions ou des charges minérales utilisées par exemple dans l'industrie papetière, ou du broyage du charbon avant sa combustion.

Ce sont ainsi au total plusieurs milliards de tonnes de matériaux divers qui sont broyés à travers le monde annuellement. Ce qui en terme de dépense énergétique représente plusieurs dizaines de millions de mégawatts heure. On comprend ainsi l'importance économique du broyage dans l'industrie et les économies réalisables en améliorant l'efficacité des ateliers de broyage.

On peut classer les broyeurs les plus couramment utilisés en deux grandes catégories :

- Les broyeurs fonctionnant par chocs, dont on donne une classification sur la figure I-1. Ils se présentent quasiment tous sous la forme d'un cylindre plus ou moins élancé dans lequel le broyage s'effectue par des chocs entre les corps broyants mis en mouvement par la rotation du broyeur. Les corps broyants peuvent être, suivant les cas, des boulets, des barres cylindriques ou encore la matière elle même dans le cas des broyeurs autogènes. Ces broyeurs ont l'incontestable avantage d'être robustes et fiables (certains fonctionnent depuis plusieurs dizaines d'années). Ils ne sont par contre pas très efficaces en terme énergétique, même s'ils ont fait ces dernières décennies l'objet de nombreuses améliorations et optimisations (utilisation de relevés spécifiques, charge en boulets adaptée, blindages classants pour optimiser l'action de la charge à l'avancement de la matière dans le broyeur).
- Dans la seconde catégorie de broyeurs, dont on donne une classification sur la figure I-2, les matériaux sont broyés par écrasement d'un lit de matière entre une piste et un galet. Ces broyeurs sont globalement plus efficaces que ceux de la première catégorie mais la consommation énergétique des équipements annexes nécessaires au fonctionnement de certains de ces broyeurs réduit souvent le gain d'efficacité.

Tous ces broyeurs ont fait depuis plusieurs années l'objet de diverses optimisations et il semble que l'on soit arrivé à un point de fonctionnement proche de l'optimum (relativement à chacun de ces broyeurs). Il ne faut plus guère s'attendre à de fortes améliorations du rendement énergétique des installations conventionnelles. En outre les coûts croissants de l'énergie ont obligé les constructeurs à chercher de nouvelles possibilités d'économies et ont rendu nécessaire le développement de procédés de broyage plus efficaces.

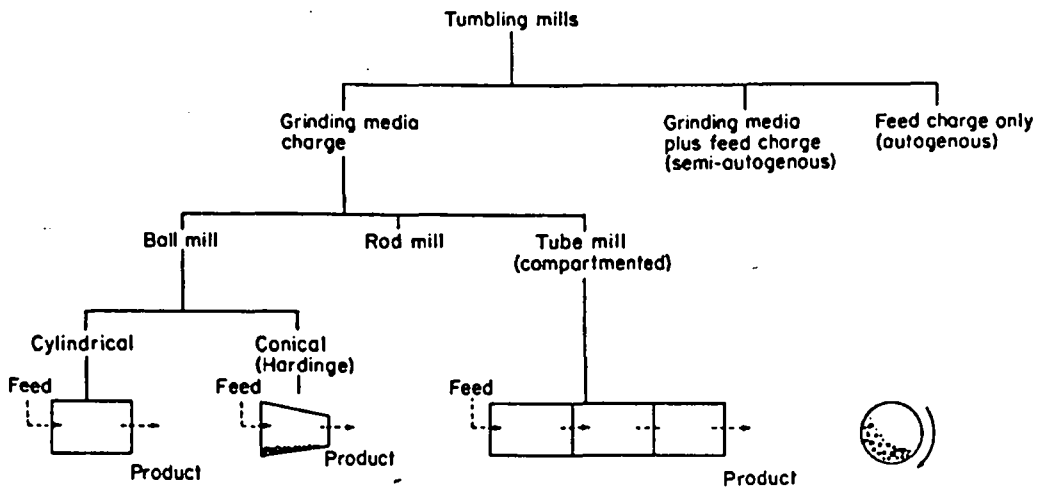


figure I-1: broyeurs fonctionnant par chocs (Prasher, 1987)

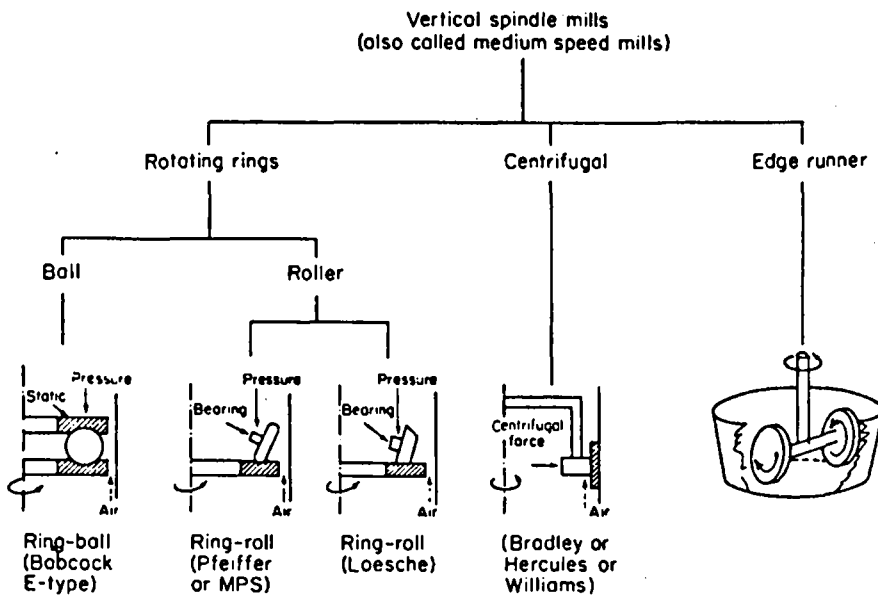


figure I-2 : broyeurs par compressions (Prasher, 1987)

I.1.2. Nouveaux types de broyeurs

Comme le montre Schönert (1979 a, 1984) à partir d'essais de compression en laboratoire, une des voies possibles pour faire encore des économies d'énergie est la fragmentation d'un lit de matériaux soumis à de très fortes pressions (pressions maximales de l'ordre de plusieurs centaines de MPa). C'est ce principe de broyage communément appelé dans la littérature « broyage par compression » qui est mis en application dans les appareils de type presse à rouleaux telle que schématisée sur la figure I-3 (Schönert, 1978).

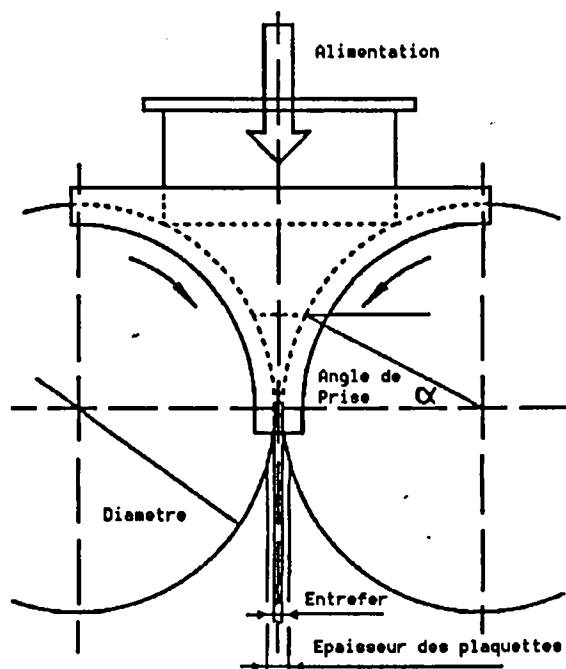


figure I-3: Principe de la presse à rouleaux.

L'ajout d'un matériel de ce type dans un atelier de broyage existant permet non seulement d'augmenter la capacité, mais aussi d'en diminuer la consommation énergétique spécifique globale. Cependant il induit souvent des problèmes de tenue mécanique du matériel du fait des forces importantes mises en jeu.

Récemment la société FCB, équipementier dans le domaine de la cimenterie et de la minéralurgie, a développé deux nouveaux types de broyeurs (HOROMILL® et RHODAX®) basés sur le principe du « broyage par multicompression » (Cordonnier et al. 1995). Plutôt que d'apporter l'intégralité de l'énergie en une seule compression de grande intensité comme c'est le cas dans les appareils de type presse à rouleaux (plusieurs centaines de MPa), l'apport énergétique s'effectue en un plus grand nombre de compressions de moins grande intensité (quelques dizaines de MPa). Ces compressions sont intercalées de désagglomérations créant d'importants réarrangements intergranulaires favorables à une nouvelle réduction granulométrique lors de la compression suivante (Hanish et al. 1985 & 1986, Schönert et al. 1993, Schubert 1993, Dronsart et al. 1995).

Dans le cas de l'HOROMILL®, broyeur horizontal à galet destiné au broyage fin des matériaux en voie sèche schématisé sur la figure I-4, le matériau alimenté latéralement, est centrifugé par une virole dont la vitesse de rotation est supérieure à la vitesse critique de centrifugation. Il subit quatre ou cinq compressions entre cette virole et un galet sur lequel la force de broyage est appliquée (Cordonnier, 1994). Entre chaque compression le matériau qui se présente sous la forme d'une croûte adhérant à la virole est raclé et retombe sur un système breveté qui contrôle l'avancement de

la matière et sa distribution pour une nouvelle compression. Aujourd'hui, 17 broyeurs industriels de type HOROMILL®, dont les diamètres de virole s'échelonnent de 1,6 à 3,8m , sont déjà en opération ou en phase de montage.

Dans le cas du RHODAX®, broyeur à cône à inertie destiné au broyage de matériaux en voie sèche et humide, dont on donne une représentation sur la figure I-5, le matériau, alimenté par la trémie en partie supérieure, est broyé entre un cône fixe et un anneau animé d'un mouvement de translation circulaire horizontale créé par des balourds synchronisés. Une fois broyés les matériaux tombent par gravité plus bas dans la chambre de broyage avant de subir une nouvelle compression, (Cordonnier et al., 1995). Le matériau subit de cette manière quatre ou cinq compressions lors de sa descente au travers de la zone de broyage. Aujourd'hui, 7 broyeurs industriels de type RHODAX®, dont les diamètres de cône s'échelonnent de 0,4 à 1m et les puissances installées respectivement de 30 à 450 kW, sont déjà en opération ou en phase de montage.

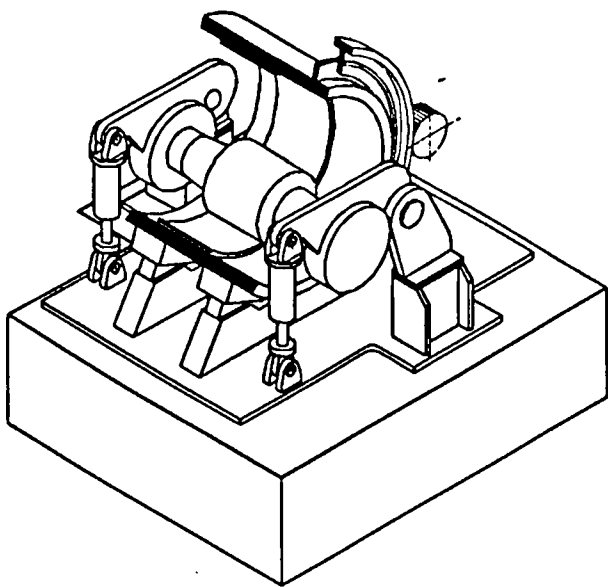


figure I-4: Vue éclatée d'un HOROMILL®.

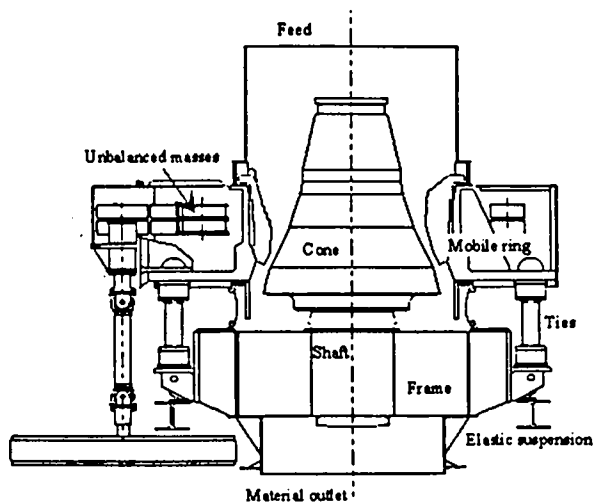


figure I-5: Schéma du RHODAX®.

I.1.3. Motivations de l'étude

Comme nous pouvons le présager dans la description du fonctionnement de ces appareils, les caractéristiques rhéologiques du lit de matériaux sont prépondérantes dans ce type de broyeurs. L'exemple le plus simple qui vient à l'esprit est celui de la presse à rouleaux où pour des conditions de fonctionnement données (vitesse des rouleaux et force imposée) l'entrefer obtenu lors de la compression conditionne directement le débit. L'autre exemple important que nous pouvons citer concerne la puissance absorbée par la machine. En effet la rhéologie du lit de matériau est à la base du calcul du couple résistant appliqué par la matière sur les rouleaux. Il apparaît donc important d'étudier le comportement rhéologique des matériaux granulaires fortement comprimés. Nous exposerons les résultats disponibles dans la littérature et nous démontrerons qu'ils ne sont pas suffisants pour mener à bien notre étude. Nous nous attacherons donc à dégager une démarche expérimentale en vue d'identifier les données physiques qui doivent nous permettre de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu lors de la compression.

Un autre aspect fondamental de notre étude du broyage par compression concerne l'évolution de la granulométrie des produits. En effet, dans la majorité des cas, le produit fini requiert des caractéristiques dimensionnelles précises, comme un pourcentage maximum de refus à une maille de tamis donnée. Ainsi, une estimation correcte de l'évolution de la granulométrie des produits au cours du processus de broyage est nécessaire. Ceci impose de ne pas nous satisfaire de résultats globaux comme ceux fournis par des lois de type "lois énergétiques" et motive une modélisation plus rationnelle du fonctionnement des divers appareils en terme d'évolution de la granulométrie des produits. La méthodologie expérimentale mise en œuvre doit permettre l'acquisition de données en vue d'une meilleure compréhension de la cinétique du broyage par compression. Ces résultats doivent aussi permettre d'estimer dans quelle mesure et sous quelles hypothèses la méthodologie de modélisation couramment utilisée dans le cas de broyeurs à boulets est transposable au cas du broyage par compression. Enfin, nous étudierons la transposition de cette méthodologie au cas du broyage par multicompression.

I.2. De la micro fissure aux fragments macroscopiques

La démarche adoptée dans l'étude est de type phénoménologique. Avant d'aborder cette approche macroscopique du problème du broyage, nous rappellerons brièvement les processus élémentaires qui conduisent à la rupture des particules. Nous présenterons ensuite les techniques d'analyse granulométrique des fragments générés, la finesse constituant souvent la principale grandeur macroscopique des processus de fragmentation.

I.2.1. Description des mécanismes de fragmentation

Quel que soit le type de broyeur, la fragmentation d'une particule s'effectue sous l'action d'un champ de contraintes tridimensionnel, généré par des forces de contacts distribuées en directions et en intensités.

Sans que cela soit une caractéristique de tous les matériaux naturels, les substances minérales présentent fréquemment un comportement de type fragile. Lemaître et Chaboche (1985) soulignent que cette rupture fragile est une propriété complexe et difficile à cerner quand on veut la caractériser objectivement et quantitativement. Elle ne met en jeu que des ruptures de liaisons inter atomiques sans déformation plastique globale appréciable. Les déformations élastiques et permanentes qui se situent respectivement au niveau des atomes et des plans cristallins respectent la cohésion de la matière. La rupture, par essence, détruit cette cohésion par création de discontinuités lorsque l'énergie de déformation locale due aux sollicitations extérieures devient égale à l'énergie nécessaire à la décohésion atomique.

L'amorce puis la propagation des fissures qui conduisent à la rupture sont déterminées par les discontinuités initialement présentes au sein du matériau et qui provoquent des concentrations de contraintes (Griffith, 1920). Les phénomènes essentiels se situent au voisinage du front de fissure où on trouve de fortes concentrations de contraintes (ce qui se traduit par les températures très élevées mesurées en front de fissure lors de la rupture (Weichert et al. 1978, Schönert 1979b)). Passé une valeur critique de l'énergie il y a progression de la fissure. Cette progression peut être stable et contrôlée ou instable. Dans ce dernier cas l'excès d'énergie libéré peut excéder l'énergie associée à la création de nouvelles surfaces et peut se reporter sur d'autres fissures. Dans le cas d'un excès d'apport énergétique qu'une seule fissure ne peut absorber (Weichert 1991 & 1992) postule, en plus du processus normal de rupture par fissuration traversante, l'existence d'un processus de branchement de fissure à l'origine de la production des fragments.

I.2.2. Caractérisation de la taille des fragments générés

A l'échelle macroscopique les phénomènes que nous venons de présenter se traduisent essentiellement par la formation de fragments de tailles et de formes différentes (bien que dans certains cas idéaux, on constate une similarité dans la forme des fragments (Yoda et al., 1987)).

La quantification de la réduction granulométrique globale implique une mesure de la taille des fragments. Le but de ce paragraphe est de passer en revue les techniques de quantification de la granulométrie des produits qui constitue la principale grandeur macroscopique dans les processus de fragmentation.

Définition de la taille des particules

Les fragments issus d'un processus de fragmentation ont une forme irrégulière, il est donc nécessaire de définir une indication dimensionnelle qui traduise la taille des particules. On lie souvent la taille réelle au diamètre d'une sphère ou un cercle équivalent. Il existe un grand nombre de méthodes de mesure basées sur ces principes. Nous retiendrons globalement de l'analyse granulométrique que c'est une mesure qui sous une apparente simplicité cache un grand nombre de problèmes et fait appel à de nombreux domaines des mathématiques et des technologies. Cette mesure délicate requiert de l'expérience pour être menée à bien, surtout dans les laboratoires tels que le CRCM (Centre de Recherche en Cimenterie et Minéralurgie), où des matériaux tous différents les uns des autres sont étudiés.

Mesure pratique de la taille des particules.

Elle se fait essentiellement par tamisage sur des séries de tamis normalisées pour les particules de taille supérieure à 20 μm . Pour l'évaluation de la taille des particules fines on utilise une méthode complémentaire qui peut être : l'élutriation, la sédimentation ou encore une mesure à partir de la diffraction d'un faisceau laser.

La mesure laser consiste à reconstituer mathématiquement une distribution de tailles à partir de mesures de diffraction d'un faisceau laser par les particules en suspension dans l'air ou dans un liquide. Cette méthode bien que pratique et rapide est cependant perfectible (par exemple dans le cas de produits vitreux). Notons que chacune des méthodes utilisées pour la quantification de la taille des particules fines est basée sur un principe différent, si bien que dans la zone de raccordement avec le tamisage les résultats des deux méthodes peuvent différer.

Les méthodes de mesures de la taille des particules les plus utilisées en cimenterie et en minéralurgie sont le tamisage sur des tamis vibrants (pour les particules de taille supérieure à 3150 μm) et le tamisage par dépression d'air normalisé pour les tailles de particules comprises entre 20 et 2500 μm (AFNOR, 1979). Enfin pour les particules de taille inférieure c'est le granulomètre laser qui est le plus souvent utilisé.

Présentation des distribution de tailles

La représentation de la distribution des tailles par la proportion de la masse totale présente dans chaque tranche granulométrique est la plus utilisée. En pratique, on indique le refus cumulé ou le passant à une maille de tamis donnée. Différentes séries de tamis sont disponibles, les plus utilisées sont les séries TYLER MESH et AFNOR (série géométrique de raison racine dixième de dix).

A partir de ces données on peut interpoler les mailles de tamis fictives qui correspondraient à 80% ou 50% de passant. Ces valeurs souvent utilisées pour caractériser l'intégralité d'une granulométrie d'un produit sont appelées respectivement d80 et d50.

Représentation mathématique des distributions de tailles.

Dans un premier temps on cherchait toujours des représentations telles que la distribution granulométrique des produits puisse être représentée par une droite dans un système d'axes donné. Citons en exemple (AFNOR, 1985), la représentation de Rosin & Rammler ou encore celle de Gaudin & Shuhmann qui sont les représentations les plus courantes. Bien que pratiques, de telles corrélations ne sont pas systématiquement possibles.

La présentation des granulométries sous la forme d'un vecteur granulométrique constitue une méthode très pratique de représentation des distributions granulométriques. La granulométrie des produits y est représentée par la proportion de produits dans chaque intervalle. Cette méthode bien que très lourde à gérer a vu son utilisation décuplée grâce à la vulgarisation de l'informatique.

Mesure de la surface développée des particules.

A l'échelle microscopique, la surface des solides n'est pas continue. Sur la majorité des particules apparaissent des fissures, discontinuités et autres pores qui rendent difficile la mesure de la surface développée. Les deux méthodes de mesure les plus utilisées pour estimer cette surface sont basées sur la perméabilité à l'air et sur l'adsorption d'un gaz à la surface des particules. La première méthode est basée sur l'estimation des pertes de charges d'un flux gazeux au travers d'un lit de poudre. La plus connue de ces méthodes est la méthode Blaine qui en outre est la principale mesure de la finesse des ciments (AFNOR, 1990). La seconde méthode est basée sur l'adsorption d'un gaz à la surface du solide. On estime la surface spécifique à partir de la quantité de gaz adsorbé, moyennant quelques hypothèses (mesure B.E.T.). Cette méthode donne en général des valeurs plus grandes que celles obtenues par perméabilité. La mesure de la surface spécifique dépend donc de la méthode utilisée.

Cette difficulté dans l'évaluation de la surface spécifique des poudres se traduit dans la pratique par une grande subjectivité de la notion d'efficacité de broyage, souvent définie comme la surface nouvelle créée par unité d'énergie spécifique.

I.3. Etude du broyage par compression

L'étude des mécanismes mis en jeu dans le cas du broyage par compression, indépendamment des spécificités technologiques de chaque appareil, impose de simuler les processus de base rencontrés dans les broyeurs industriels. C'est l'étude de cette simulation en laboratoire qui fait l'objet des paragraphes qui suivent.

I.3.1. Etat des contraintes dans les broyeurs industriels

Dans les broyeurs qui mettent en œuvre la compression d'un lit de matériaux (comme par exemple les presses à rouleaux ou l'HOROMILL®), l'effort de broyage est imposé. Il se répartit inégalement sur le lit de matière, en fonction de la position angulaire dans la descente vers l'entrefer minimal, comme le montrent les mesures de pression effectuées par Feige (1989), Schönert et al. (1993) et Lubjuhn et al. (1994) en utilisant une presse dont les rouleaux sont instrumentés. La pression sur le lit croît à partir d'un « angle de prise » (défini sur la figure I-3), puis augmente jusqu'à une valeur maximale correspondant à l'entrefer minimal. Enfin, nous observons une phase de déchargement, jusqu'à un « angle de relâchement », tel qu'illustré sur la figure I-6.

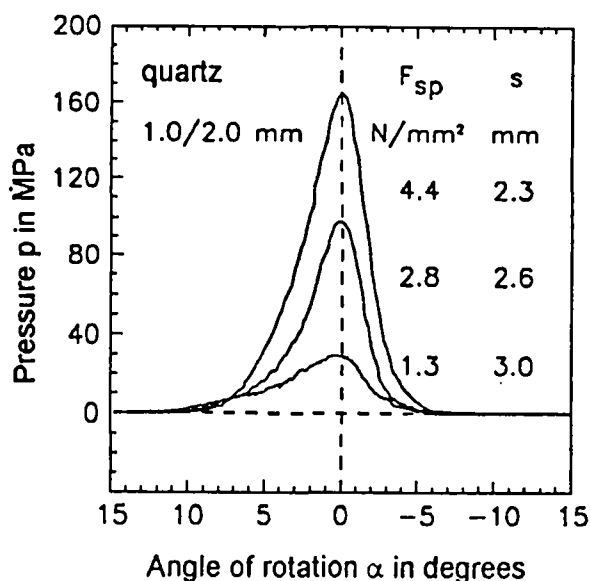


figure I-6 :Evolution de la pression dans une presse à rouleaux d'après Lubjuhn et al. (1994)

Le champ de contraintes généré dans la zone de compression n'est pas uniforme, comme en attestent les mesures de pression effectuées par Feige (1989) et Lubjuhn et al. (1994) à différents endroits de la surface des rouleaux. Il dépend d'un nombre important de paramètres, avec parmi les principaux : matériau (Kapur et al., 1990, Gutshe et al., 1992 & 1993, Fuerstenau et al., 1993), granulométrie initiale (Lubjuhn et al., 1993, Fuerstenau et al., 1993), l'humidité du matériau (Schwechten et al., 1988, Schönert, 1988), vitesse de rotation des rouleaux, le frottement matière rouleaux, la présence de flasques latéraux ou encore profil des rouleaux (Lubjuhn et al., 1993)

Malgré tous ces effets qui influencent la répartition des contraintes au sein du lit de matière, on peut considérer qu'elles sont essentiellement de type compression simple. Dans son étude expérimentale Lubjuhn et al. (1994) montrent que plus que la répartition des contraintes c'est en fait l'apport énergétique global qui détermine la réduction granulométrique lors de la compression.

Dans l'essai de laboratoire à retenir, les contraintes doivent donc être essentiellement de type compression simple (Kanda, 1990). En outre les niveaux de chargement devront être comparables à ceux rencontrés dans les broyeurs industriels basés sur le principe du broyage par compression.

I.3.2. Dispositifs expérimentaux de laboratoire et conditions expérimentales

L'essai de laboratoire qui correspond le mieux aux sollicitations rencontrées dans les broyeurs industriels est un essai de compression simple dans une cellule de type oedométrique adaptée aux fortes sollicitations. La géométrie des cellules d'essai utilisées par différents auteurs est (aux dimensions près) identique à celle représentée sur la figure I-7. Notons les travaux de Hanish et al. (1985, 1986) qui, conjointement aux études plus classiques, ont mené une étude expérimentale systématique sur la forme des surfaces de broyage (compression entre deux plans, entre deux cylindres, ou encore deux sphères, puis toutes les combinaisons entre ces trois éléments de base). Le principal résultat obtenu par cet auteur est que l'efficacité du broyage est essentiellement fonction des possibilités de capture des particules entre les surfaces de broyage. On explique ainsi une partie des différences d'efficacité entre un broyeur à boulets et un broyeur basé sur la compression déterministe d'un lit de matériau.

Dans une cellule de type oedométrique (figure I-7), un lit de matière cylindrique (2) est comprimé par un piston (1) dans le fond d'une cellule (3) qui empêche l'expansion latérale de l'échantillon. L'effort de broyage est le plus souvent appliqué par une presse hydraulique de grande capacité (pressions maximales de l'ordre de 300MPa). Certains auteurs comme Müller et al. (1990) utilisent une presse spécifique pour obtenir des vitesses de chargement plus élevées.

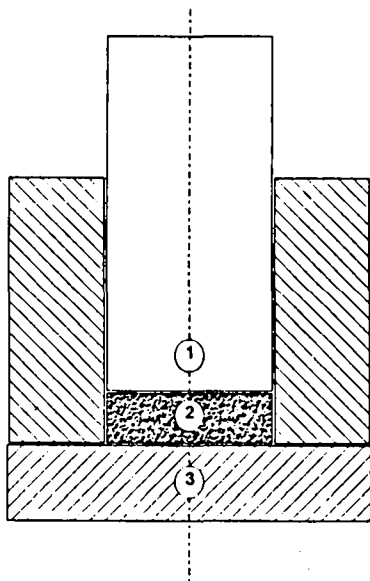


figure I-7 : Cellule oedométrique

Dans un tel essai, le confinement modifie le champ des contraintes dans le lit de matériau et il convient de sélectionner aussi bien les dimensions du lit que la granulométrie maximale des particules, de telle manière que les effets de bord puissent être négligés. Dans une étude expérimentale systématique de l'effet du confinement, Schönert (1994) avance qu'un lit de particules d'une hauteur de six fois la taille maximale des particules et d'un diamètre de trois fois la hauteur satisfait aux conditions qu'il définit comme idéales (homogénéité du lit de particules, compression homogène, effets de bord négligeables sur l'action de broyage). Les résultats des essais réalisés par Schönert montrent que les changements locaux de l'état de contraintes engendrés dans les différentes configurations géométriques testées n'ont pas d'influence sur l'action de broyage. Comme dans le cas des presses réelles, il montre que c'est l'apport énergétique global qui régit essentiellement l'effet de réduction granulométrique.

I.3.3. Evaluation de la granulométrie des produits compactés

Une des principales grandeurs mesurées lors du broyage est la granulométrie. Nous avons présenté les méthodes couramment utilisées pour évaluer la granulométrie des produits pulvérulents. Seulement, dans le cas des essais de compression le produit se présente sous la forme d'une plaquette plus ou moins agglomérée (en fonction du produit et des pressions maximales utilisées). Ainsi il est nécessaire de définir une méthodologie spécifique pour permettre l'évaluation de la granulométrie des produits compactés. Plusieurs méthodes de désagglomération ont été proposées :

- Aziz & al (1980) immergent leurs plaquettes dans une fiole de méthanol qu'ils agitent jusqu'à totale désagglomération. Le mélange obtenu est séparé en voie humide sur un tamis de 32 μm . Le refus est séché, pesé puis tamisé.

- Müller & al (1990) et Schönert & al (1990a) désagglomèrent les échantillons de quartz manuellement avec un maillet en caoutchouc. Ils effectuent alors un tamisage à sec. Parallèlement la granulométrie des produits de taille inférieure à 160 μ m est estimée par un appareil à diffraction. Les plaquettes de calcaire (fortement agglomérées car le matériau est plus tendre) sont désagglomérées dans l'eau ; la granulométrie est estimée par tamisage en voie humide.
- Schmitz & al (1992 & 1993) désagglomèrent leurs échantillons dans un appareil à ultrasons dont la cuve est remplie d'alcool. La granulométrie est déterminée par tamisage et analyse granulométrique laser.
- Fuerstenau & al (1994) désagglomèrent manuellement les échantillons. La désagglomération est achevée dans un appareil à ultrasons dont la cuve est remplie d'eau. La granulométrie est déterminée par tamisage.

Chacune de ces méthodes présente des avantages et des inconvénients qu'il conviendra d'évaluer en vue de mettre en œuvre une procédure de désagglomération. Ceci est un préalable indispensable à l'analyse granulométrique des produits compactés

I.4. Résultats expérimentaux

Les résultats recherchés sont de deux ordres. Le premier concerne la rhéologie du matériau, le but recherché est la formulation d'une relation qui lie les contraintes aux déformations. Nous avons déjà souligné l'importance de cette relation dans le dimensionnement des broyeurs industriels. Les résultats sont souvent présentés sous la forme d'une courbe contrainte déformation, à partir de laquelle l'apport énergétique est calculé par intégration. Le second point, présenté ultérieurement dans ce document, concerne la modélisation de l'évolution des granulométries.

I.4.1. Rhéologie des matériaux, relation pression compacité

Dans les études relatives au broyage par compression, la relation entre les contraintes et les déformations s'exprime couramment par la relation entre la pression appliquée et la compacité du matériau au cours de la compression. La compacité est définie comme le rapport de la densité apparente sur la densité réelle du matériau. La pression est définie comme la pression moyenne s'exerçant sur le matériau.

Cette relation entre les contraintes et les déformations, intègre en fait un grand nombre de phénomènes difficiles à modéliser de façon rationnelle. Différents paramètres influent sur l'évolution de la relation pression compacité. Les résultats obtenus par Fuerstenau et al. (1994), présentés ci dessous (figure I-8 et figure I-9) montrent l'influence du matériau sur cette relation et sur les apports énergétiques correspondants.

Dans leurs travaux, Schönert et al. (1990b) et Müller et al. 1990 étudient l'influence de différents paramètres comme la vitesse de chargement ou encore le taux d'humidité dans le matériau. Ils montrent en particulier l'influence de la finesse de la tranche comprimée, mais sans faire référence au comportement à la compression d'une étendue granulaire complète.

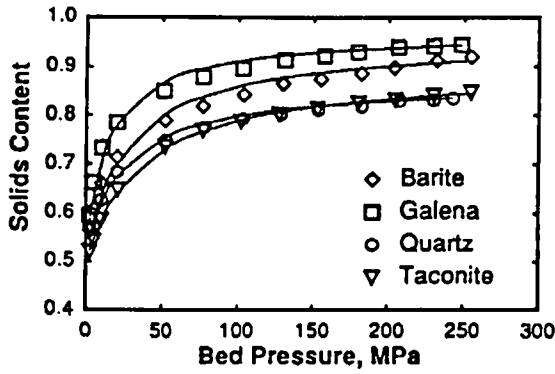


figure I-8 :Influence du matériaux sur la relation pression compacité

(Fuerstenau et al., 1994)

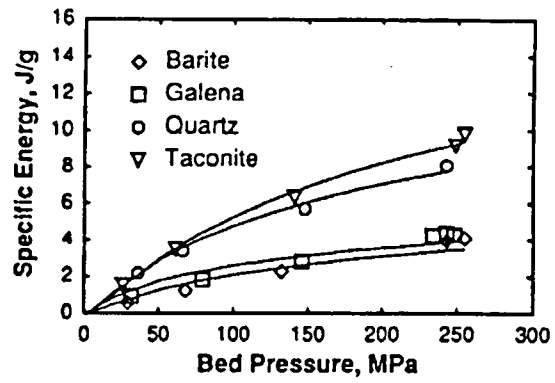


figure I-9 :Influence du matériau sur les apports énergétiques

(Fuerstenau et al., 1994)

En fait, la majorité des résultats présentés dans la littérature sur les relations pression compacité concernent des essais sur tranches granulométriques unitaires (fraction granulométrique comprise entre deux tamis d'une série normalisée). Il conviendra donc de comparer ces résultats d'essais sur tranches aux relations obtenues dans le cas de compressions sur des étendues plus larges, plus représentatives de ce que l'on peut rencontrer dans les broyeurs industriels.

Il n'existe pas à notre connaissance de formulation de la relation pression compacité en relation avec la granulométrie des produits. Tout au plus nous disposons de résultats expérimentaux relatifs à l'évolution des paramètres en relation avec la granulométrie de la tranche comprimée. Tranche dont on ne sait pas si le comportement est identique à celui des étendues granulaires rencontrées dans les broyeurs industriels. Notons tout de même les travaux de Ouchiyama (1980, 81, 86, 88, 89) qui en visent à formuler la compacité d'un assemblage de particules en fonction de sa distribution granulométrique.

Dans la littérature, on trouve diverses formulations empiriques de la relations pression compacité (Kawakita, 1970). Deux de ces formulations trouvent des applications dans le cas du broyage. La première est issue des travaux de Schönert (1990b). Elle se formule:

$$\frac{c - c_0}{1 - c_0} = 1 - \exp\left(-\left(\frac{p}{P_c}\right)^n\right)$$

Avec:

- P, la pression appliquée
- c, la compacité
- c_0 , la compacité initiale du matériau
- n, un facteur de forme qui traduit la vitesse d'évolution de la courbe pression compacité
- P_c , la pression caractéristique qui traduit la résistance du lit de matériau à la compression.

La seconde relation est proposée par Fuerstenau et al. (1994). Elle s'écrit:

$$P(c) = \frac{P_c}{C_{fu}} \times \frac{c - c_0}{c_\infty - c}$$

Avec:

- c_0 , la compacité initiale du matériau
- c_∞ , la limite de la compacité correspondant à des pressions très grandes
- P_c , une pression caractéristique mesurée expérimentalement pour un niveau de compactage donné
- C_{fu} , compacité associée au paramètre P_c

Ajoutons à ces formulation celle utilisée par le CRCM (Centre de Recherche en Cimenterie et Minéralurgie de FCB), qui s'exprime sous la forme:

$$P(c) = k \times \left(\frac{c - c_0}{1 - c} \right)^n$$

Avec:

- c_0 , la compacité initiale avant compression
- k , une pression caractéristique
- n , un facteur qui traduit la vitesse d'évolution de la courbe pression compacité

Aucune de ces relations n'a de fondement théorique si bien qu'il est difficile d'attribuer une signification physique précise à chacun des paramètres. Il n'existe pas à notre connaissance de formulation rationnelle comme par exemple celle qui consisterait en l'élaboration d'une loi de comportement pour son intégration dans un code de calcul.

I.4.2. Notion d'efficacité de broyage

Les résultats expérimentaux fournis par les essais oedométriques permettent en outre d'aborder la notion d'efficacité de broyage. Cette notion d'efficacité est particulièrement subjective dans le cas du broyage, comme en atteste la synthèse bibliographique effectuée par Prasher (1987).

Un concept couramment utilisé pour traduire l'efficacité de broyage est celui de « l'utilisation de l'énergie ». Cette mesure est définie comme la surface nouvelle produite par unité d'énergie spécifique. Schönert (1989) rapporte que jusqu'à présent c'est la méthode de fracturation d'une particule unique en compression lente qui est la plus efficace. Fuerstenau et al. (1994) montrent à partir de résultats d'essais de compression réalisés sur plusieurs matériaux que l'efficacité du broyage en lit est environ la moitié de celle du broyage d'une particule seule en compression simple. Cette tendance est nuancée par les résultats de Schmitz et al. (1992 & 1993) qui montrent une diminution de l'efficacité avec l'augmentation de la pression maximale. On retrouve un résultat similaire à celui obtenu lors de la compression de particules uniques comme le montre Rumpf (1973). Dans les deux cas, les faibles niveaux énergétiques ne mettent principalement en jeu que le broyage primaire. C'est à dire jusqu'à la première fracturation, et une faible part de broyage secondaire. Dans le cas du broyage secondaire les fragments sont comprimés les uns contre les autres, avec la notion de broyage interparticulaire et toute les pertes qui lui sont inhérentes, en particulier dues à la friction.

I.5. De la modélisation au dimensionnement

Après cette analyse de l'aspect comportement rhéologique du matériaux, nous abordons le problème de l'évolution de la granulométrie au cours du broyage. Nous rappellerons d'abord brièvement les méthodes actuellement à la base du dimensionnement des installations industrielles. Ce sera pour nous l'occasion de préciser les lois énergétiques empiriques couramment utilisées. Nous montrerons que ces lois pèchent par la rusticité des hypothèses et des méthodes utilisées pour l'identification des paramètres. Nous insisterons ensuite sur la nécessité d'une modélisation plus rationnelle de l'évolution de la granulométrie en vue d'un dimensionnement correct des installations.

On peut classer les méthodes de dimensionnement en quatre grandes catégories qui sont, par ordre de complexité croissante:

- Les méthodes basées sur un taux global de production de produit fini,
- Les méthodes basées sur une énergie spécifique globale,
- Les méthodes basées sur une loi énergétique,
- Les méthodes basées sur l'utilisation d'une modélisation des équilibres massiques par tranches.

I.5.1. Méthodes globales

Dans le premier type de méthodes, on détermine expérimentalement la production de produit fini dans un broyeur de laboratoire, où les conditions de broyage sont choisies "aussi près que possible" des conditions industrielles. On estime la production de l'atelier de broyage industriel en multipliant la production mesurée expérimentalement par un coefficient empirique basé sur l'expérience. Cette technique, assez largement utilisée dans la pratique ne donne aucune information sur l'effet du recyclage des matériaux dans le circuit, ni sur la séparation et les causes d'inefficacité.

Le second type de méthodes est basée sur un essai de laboratoire similaire à celui évoqué auparavant, mais on y mesure la puissance absorbée au cours de l'essai, dont on déduit une énergie spécifique nécessaire au broyage pour passer du produit d'alimentation au produit fini. On fait ensuite l'hypothèse que cette énergie spécifique, nécessaire pour passer d'un état à l'autre, est indépendante des dimensions du broyeur. On peut ainsi à partir du débit recherché dans le broyeur industriel et de cette énergie spécifique calculer la puissance du broyeur à installer. Cette méthode bien que meilleure que la précédente ne permet pas non plus de connaître les flux de matière dans le circuit, l'effet du recyclage ou de la séparation et d'appréhender les différentes causes d'inefficacité. Le troisième type de méthodes utilise des éléments des deux précédentes et une loi énergétique qui lie l'énergie aux changements de la granulométrie des produits.

I.5.2. Lois énergétiques

Les enjeux industriels ont rapidement nécessité l'étude des relations entre les apports énergétiques et la réduction granulométrique dans les processus de broyage. Les premières théories du broyage se sont attachées à mettre en évidence une relation entre l'énergie mise en jeu au cours du broyage et des grandeurs caractérisant la taille des particules. Dès 1867 Rittinger et al. suggèrent une relation dans laquelle l'énergie consommée est proportionnelle à la surface créée lors de la fragmentation. Kick (1885) réfute la loi précédente en démontrant que pour un matériau homogène, l'énergie à fournir pour fragmenter une masse unitaire de matériaux est constante pour un rapport de réduction donné et ce quel que soit la dimension initiale du matériau. La relation de Kick s'accorde

bien avec les résultats expérimentaux relatifs au concassage (taille des produits supérieure au centimètre). Bond (1952, 1961) suppose que l'énergie mise en jeu est proportionnelle à la variation de la longueur des fissures. Pour Bond l'énergie spécifique de broyage peut s'écrire sous la forme:

$$E_B = W_i \left(\frac{10}{\sqrt{X_{80\text{Product}}}} - \frac{10}{\sqrt{X_{80\text{Feed}}}} \right). \text{ Le Work Index de Bond } (W_i) \text{ est défini à partir d'un essai de}$$

laboratoire que nous présenterons plus en avant dans ce document. La théorie de Bond est largement utilisée dans l'industrie depuis les années 60 car elle offre une méthode simple pour évaluer plus ou moins finement l'énergie (et donc le coût énergétique) d'un processus de fragmentation.

Parmi les autres théories proposées, dont certaines sont présentées par Guillot (1960) et plus récemment par Prasher (1987), nous citerons pour mémoire celle de Holmes (1957) basée sur la loi de Bond, mais où la racine a été remplacée par un exposant variable pour traduire les changements de la résistance des matériaux avec la taille des particules et les variations de l'efficacité des broyeurs. Charles (1957) propose une autre relation dont nous retiendrons qu'elle utilise des variables qui dépendent du matériau et de la façon dont il est broyé. Nous citerons aussi la loi énergétique proposée par Kapur (1972, 1987) qui trouve un nouveau champ d'application dans la modélisation du broyage par compression (Kapur et al., 1992, Fuerstenau et al., 1994 & 1995, Gutsche, 1995).

Associé à un indice de broyabilité, ces lois permettent une approximation de l'énergie nécessaire pour effectuer le travail de broyage demandé. La broyabilité est une mesure pragmatique de la difficulté avec laquelle un matériau peut être broyé. Un nombre important d'indices de broyabilité a été proposé au fil des ans. Les deux plus utilisées sont:

L'index Hardgrove (AFNOR, 1983), normalisé. Il est basé sur la mesure de la masse des particules de taille inférieure à 75 µm produites dans un broyeur de laboratoire normalisé (figure I-10), pour un nombre déterminé de tours et alimenté avec un produit dont la taille et la quantité sont prescrites. Cet index normalisé est essentiellement utilisé pour les charbons.

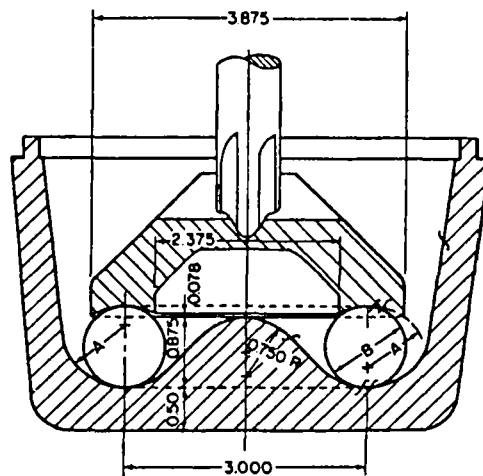


figure I-10: Broyeur de type Hardgrove (Norme AFNOR, 1983).

Le Work Index de Bond est aussi une mesure de la broyabilité. Le test afférent est basé sur un cycle de broyages successifs dans un broyeur à boulet de laboratoire normalisé. Ce test n'inclut pas certaines variables qui sont d'une grande importance dans le cas d'un broyeur à boulets en circuit fermé: le taux réel de recyclage, la courbe de partage du séparateur, l'utilisation d'une charge optimale en boulets, la variation du temps de séjour des particules dans le broyeur, etc. Les causes

d'inefficacité du broyage ne sont pas explorées. Ainsi, on peut s'attendre à des écarts entre les prédictions énergétiques déterminées par la méthode de Bond et les mesures relevées sur site.

D'un point de vue quantitatif un travail considérable a été effectué pour définir des indices de broyabilité. Mais pour l'heure, le but poursuivi à savoir la recherche d'un moyen de mesure véritable, n'a pas encore été atteint. De même, la recherche d'une loi permettant une estimation précise de l'énergie de fragmentation d'un matériau n'a pas, à ce jour, abouti à une formulation mathématique satisfaisante. Chacune des lois proposées n'est valide que dans un domaine granulométrique ou énergétique limité et pour des conditions de broyage données.

Remarque: ces trois premières méthodes de dimensionnement sont appelées méthodes globales. On y considère en effet uniquement les évolutions globales de la granulométrie entre l'entrée et la sortie du circuit de broyage. Elles condensent tous les facteurs relatifs à la cinétique du broyage en un seul paramètre empirique global. De plus, les tests de laboratoire servant à caractériser la broyabilité des produits ne simule que partiellement les mécanismes mis en jeu dans les installations industrielles.

La recherche d'un dimensionnement optimal des ateliers de broyage, aussi bien d'un point de vue capacité que qualité du produit fini (mais aussi le contrôle et l'optimisation de ces ateliers de broyage) a montré le besoin d'étudier de nouvelles voies de simulations qui permettraient une prédiction beaucoup plus fine du fonctionnement, contrairement aux résultats limités fournis par les méthodes présentées précédemment.

C'est ce qui fait l'objet de la quatrième méthode, la plus compliquée. Elle consiste à effectuer en différents points du circuit un bilan massique de chaque tranche granulométrique en utilisant les concepts de vitesse de broyage, de distributions des temps de séjour dans le broyeur et une description mathématique des différents éléments composant le circuit de broyage. Seule cette méthode peut donner une simulation correcte des circuits de broyage en tenant compte de tous les constituants du circuit et de la manière dont chacun agit sur le matériau. C'est cette méthode que nous avons retenu comme fil conducteur et que nous présentons maintenant

I.6. Formalisme de modélisation des processus de broyage

L'approche moderne de la modélisation mathématique des processus de broyage est basée essentiellement sur deux concepts phénoménologiques: la fonction de vitesse de broyage encore appelée fonction de sélection et la fonction de broyage.

I.6.1. Fonction de vitesse de broyage, cinétique de disparition des particules

Nous ne nous intéressons ici qu'à la vitesse à laquelle les particules d'une taille donnée sont broyées, en faisant abstraction de la vitesse à laquelle des particules de cette taille peuvent apparaître du fait du broyage des particules de taille supérieure.

On fait l'hypothèse que, lors du broyage, la vitesse à laquelle un matériau quitte un intervalle granulométrique compris entre x et $x+dx$ est proportionnelle à la quantité de matériaux présente dans cet intervalle. Désignons par $M(x,t)$ la fraction de la masse totale des particules comprise dans cette tranche. Cette hypothèse se formule alors:

$$-\frac{\partial M(x,t)}{\partial t} = S(x)M(x,t)$$

Où $S(x)$, facteur de proportionnalité, homogène à l'inverse d'un temps, est appelée « vitesse spécifique de broyage » ou encore « fonction de sélection ». Par analogie avec la cinétique chimique, le broyage est alors dit de premier ordre.

La vérification de cette hypothèse de premier ordre constitue un préalable indispensable dans la modélisation envisagée. Il convient donc d'en effectuer une vérification dans le cas du broyage par compression puis du broyage par multicompression.

I.6.2. Fonction de broyage, cinétique d'apparition des particules

La fonction de broyage b traduit la répartition des fragments dans les tranches de granulométrie inférieure lorsqu'un produit est broyé. La valeur de la fonction de broyage $b(x,y)$ représente la fraction en masse des particules, dont la taille est comprise entre x et $x+dx$, formée sans avoir subi d'action de broyage intermédiaire, lorsqu'une masse unitaire de particules de taille y est broyée ($y \geq x$). La fonction de distribution cumulée $B(x,y)$ est la fraction de masse de particules de taille inférieure ou égale à x formée lorsqu'une masse unitaire de particules de taille y est broyée. La relation entre ces deux fonctions est donnée par:

$$B(x, y) = \int_0^x b(w, y) dw \quad \text{ou encore} \quad b(x, y) = \frac{\partial B(x, y)}{\partial x}$$

A partir des définitions de la vitesse de broyage et de la fonction de distribution, nous pouvons formuler l'expression de la vitesse d'apparition de particules de taille x qui sont générées lors du broyage de particules de taille y . Cette vitesse s'écrit $S(y)b(x,y)M(y,t)$; sa valeur s'obtient par intégration de l'expression ci dessus pour toutes les tailles supérieures à x . C'est à dire, notant V_a la vitesse d'apparition des particules de taille x , on a:

$$V_a = \int_x^{\infty} S(y)b(x, y)M(y, t)dy$$

I.6.3. Equation de broyage en mode batch

L'équation différentielle caractérisant la cinétique du broyage en mode batch (c'est à dire sans apport de matière au cours du broyage) est formulée à partir des équations traduisant les cinétiques d'apparition et de disparition. En effectuant l'équilibre en masse des particules d'une taille donnée x , ceci conduit à l'équation:

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

On présente rarement cette équation sous cette forme. On lui préfère une formulation discrète plus adaptée au calcul numérique, mais aussi plus proche de la réalité en ce sens que l'acquisition des données relatives à la granulométrie des produits se fait comme nous l'avons vu précédemment à partir d'intervalles granulométriques discrets. Ces intervalles sont définis par l'étendue granulaire comprise entre deux tamis adjacents d'une série normalisée. Sous cette forme discrète l'équation d'équilibre s'écrit:

$$\frac{dM_i(t)}{dt} = -S_i M_i(t) + \sum_{j=1}^{i-1} b_{ij} S_j M_j(t)$$

Où $M_i(t)$ représente la fraction de la masse totale de matière présente dans la tranche granulométrique i à l'instant t . S_i est défini comme la vitesse de broyage des particules de la tranche granulométrique i . Enfin, b_{ij} représente la manière dont ce qui est broyé de la tranche j est distribué

dans les tranches i inférieures. On peut aussi définir la forme cumulée $B_{ij} = \sum_{k=i+1}^n b_{kj}$.

I.6.4. Hypothèses sous-jacentes à l'équilibre massique par tranches

Plusieurs hypothèses sont sous-jacentes à la formulation traduisant l'équilibre massique par tranches.

- Le broyage des particules est supposé indépendant de leur histoire, c'est à dire que le processus n'a pas de mémoire. Les propriétés de broyabilité d'une tranche dans les produits émanant du broyage sont les mêmes que celles de cette même tranche dans les matériaux à l'alimentation.
- Il est supposé qu'il n'existe pas de réagglomération des particules.
- Les matériaux à broyer sont homogènes d'un point de vue broyabilité. L'alimentation ne doit donc pas être constituée par un mélange de composants durs et tendres, ce qui modifierait les caractéristiques au broyage de l'ensemble au cours du temps du fait du broyage préférentiel du matériau le plus tendre et rendrait caduque l'hypothèse de premier ordre. Il est à ce sujet surprenant de constater que l'hypothèse de premier ordre soit vérifiée pour la plupart des matériaux alors même que certains présentent visuellement de nombreuses hétérogénéités.
- Le comportement au broyage des particules d'une tranche granulométrique est indépendant de la présence des autres tranches. En d'autres termes il n'y a pas d'interaction entre les particules des différentes tranches.

I.6.5. Distribution des temps de séjour

Tout ce que nous venons de présenter relativement à l'évolution de la masse des particules dans chaque tranche granulométrique ne suffit pas pour modéliser le fonctionnement d'un broyeur. En effet, dans les installations industrielles le broyage ne s'effectue que rarement en mode batch (sans apport de matière au cours du broyage), sauf dans quelques applications particulières. Il s'effectue le plus souvent en mode continu, soit en circuit ouvert, soit en circuit fermé avec un séparateur dont la fonction est de séparer le produit en deux fractions : une fraction fine qui constitue le produit fini et une fraction grossière recyclée vers l'entrée du broyeur (Ph.Duhamel, 1996).

En mode continu, de par la nature aléatoire du mouvement des particules dans le broyeur, toutes les particules ne séjournent pas le même temps dans le broyeur et il est nécessaire de décrire cette variation des « temps de séjour » pour calculer la distribution granulométrique des produits sortant du broyeur. En pratique, on définit une « distribution des temps de séjour » pour traduire cette variation du temps de résidence dans le broyeur.

Une des méthodes souvent utilisée pour mettre en évidence la distribution des temps de séjours dans les broyeurs consiste à marquer (à l'aide d'un traceur radioactif par exemple) les particules alimentant le broyeur, pendant un intervalle de temps très court. Une partie du matériau tracé quitte le broyeur presque immédiatement alors que l'autre est retenue dans le broyeur durant des périodes plus longues. On donne sur la figure I-11 une illustration de ce phénomène dans le cas d'un broyeur à boulets.

Différentes modélisations de l'écoulement des particules dans les broyeurs (ce qui conditionne le temps de séjour) ont été proposées. Les plus simples sont:

- l'écoulement de type piston, défini par l'émergence soudaine au même temps de résidence moyen τ , de tous les matériaux tracés (figure I-11)
- l'écoulement de type mélangeur parfait, le matériau est immédiatement mélangé au matériau déjà présent dans le broyeur à son arrivée, figure I-11.

On peut en première approche utiliser l'une ou l'autre de ces formulations simples.

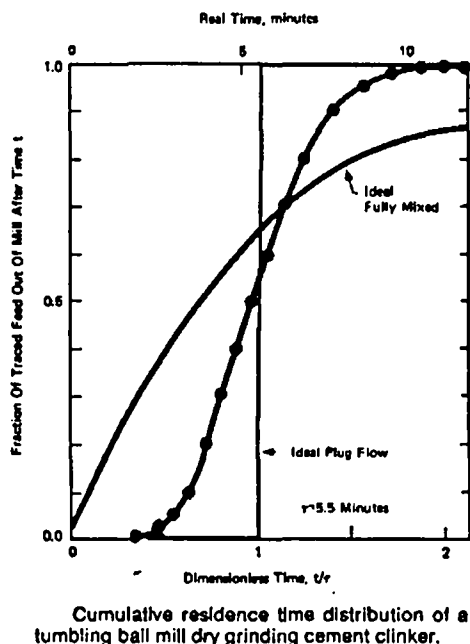


figure I-11: Distribution des temps de séjours dans un broyeur à boulets.

(Austin et al., 1984)

I.6.6. Equations globales de broyage

La modélisation des broyeurs fonctionnant en continu est basée sur une extension du modèle mathématique du broyage en batch. Suivant le modèle d'écoulement utilisé, on peut d'après les solutions analytiques de Reid (1965) exprimer la granulométrie de sortie en fonction de la granulométrie d'entrée comme suit. Les granulométries de l'alimentation et du produit fini sont représentées respectivement par les fractions massiques dans chaque tranches, f_i et P_i . Les fonctions S et b sont les fonctions de broyage, d et C sont des fonctions intermédiaires pour effectuer le calcul. Enfin la fonction e traduit essentiellement la distribution des temps de séjour. On a :

$$\begin{aligned}
 P_i &= \sum_{j=1}^i d_{ij} f_j \quad (n \geq i \geq 1) \\
 d_{ij} &= \begin{cases} e_j & (i = j) \\ \sum_{k=j}^{i-1} C_{ik} C_{jk} (e_k - e_i) & (i > j) \end{cases} \\
 C_{ij} &= \begin{cases} -\sum_{k=i}^{j-1} C_{ik} C_{jk} & (i < j) \\ 1 & (i = j) \\ \frac{1}{(S_i - S_j)} \sum_{k=i}^{j-1} S_k b_{ik} C_{kj} & (i > j) \end{cases}
 \end{aligned}
 \quad e_j = \begin{cases} \text{Batch / Piston} \\ e_j = e^{-S_j \tau} \\ \text{Mélangeur parfait} \\ e_j = \frac{1}{(1 - S_j \tau)} \\ \text{Cas général} \\ e_j = \int_0^{\infty} e^{-S_j t} \varphi(t) dt \end{cases}$$

I.7. Identification des paramètres

La méthodologie que nous venons de présenter impose la connaissance des éléments suivants pour simuler le broyage d'un matériau dans un broyeur :

- Les fonctions S et B
- La variation de ces fonctions avec les conditions de broyage
- La vérification de la loi d'ordre un
- La loi d'écoulement des matériaux dans le broyeur

Le but de ce paragraphe est de faire une présentation des moyens d'investigation de ces éléments. Nous ferons souvent référence au broyeur à boulets qui est le meilleur exemple de ce que peut être un broyeur réservoir. Il a de plus l'avantage non négligeable d'être le broyeur le plus étudié dans la littérature. La méthode est néanmoins transposable à d'autres broyeurs réservoir (comme par exemple le broyeur Hardgrove). Le but est d'estimer dans quelle mesure la méthode est transposable dans le cas du broyage par multicompression et le cas échéant préciser les aménagements à apporter.

Une méthode simple utilisée pour vérifier l'hypothèse de premier ordre et pour identifier les fonctions S et B consiste à broyer une tranche granulométrique seule en mode batch, c'est à dire sans apport de matière aux cours du broyage (il n'y a pas dans ce cas de distribution des temps de séjour, ce qui compliquerait les mesures). Les fonctions S et B sont identifiées à partir d'analyses granulométriques réalisées à différents temps de broyage. Nous présentons maintenant les méthodes d'identification.

I.7.1. Fonction de sélection S, hypothèse de premier ordre

La vérification de la loi d'ordre un se fait conjointement à l'étude de la fonction de sélection. Nous avons montré précédemment que lorsque la loi de premier ordre était vérifiée, la vitesse de disparition des particules d'une tranche granulométrique s'écrivait : $\frac{dM_i(t)}{dt} = -S_i M_i(t)$. C'est à dire

$\text{Log} \frac{M_i(t)}{M_i(0)} = -\frac{S_i t}{2,3}$. En d'autres termes nous devons obtenir dans un diagramme logarithmique une

relation linéaire entre l'évolution des refus dans la tranche initiale (rapport $\frac{M_i(t)}{M_i(0)}$) et le temps de broyage.

Nous rapportons sur la figure I-12 des résultats présentés par Austin (1984) dans le cas d'un essai réalisé dans un broyeur à boulets en mode batch sur une tranche granulométrique seule.

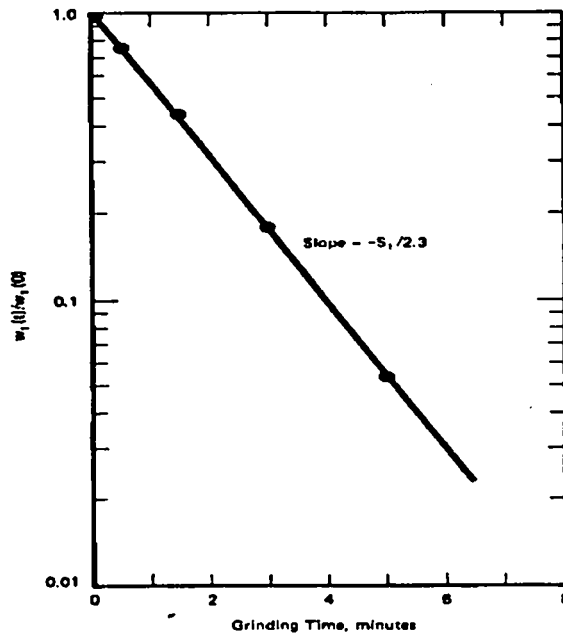


figure I-12: Linéarité du processus de broyage.

(Austin et al., 1984)

L'étude de ces résultats nous fourni deux type d'informations :

- La linéarité de l'évolution des refus avec le temps montre que l'apparition de particules plus fines ne modifie pas le comportement de la tranche initiale et par suite on considère que l'hypothèse de premier ordre est vérifiée.
- La mesure de la pente $\left(-\frac{S_i}{2.3}\right)$ permet le calcul de S_i , la valeur de la fonction de sélection associée à la tranche i .

Remarquons que dans la vérification expérimentale ci dessus, on postule que l'hypothèse de premier ordre est vérifiée. En effet, on suit l'évolution des refus dans la tranche la plus grossière, mais il n'est pas prouvé que les particules fines se broient aussi suivant une loi de premier ordre de par la présence de particules plus grossières. Pour effectuer ce type vérification on utilise une méthode différente qui consiste à marquer une tranche au sein d'une distribution à l'aide d'un traceur (par exemple radioactif). Ce traceur permet de distinguer les particules issue de la tranche marquée des particules issues des autres tranches. On peut ainsi suivre l'évolution d'une tranche indépendamment des autres et ainsi vérifier la linéarité dans le cas de la présence de particules plus grossières. Gardner et al (1962) ont effectué cette vérification dans le cas du broyeur Hardgrove (figure I-13).

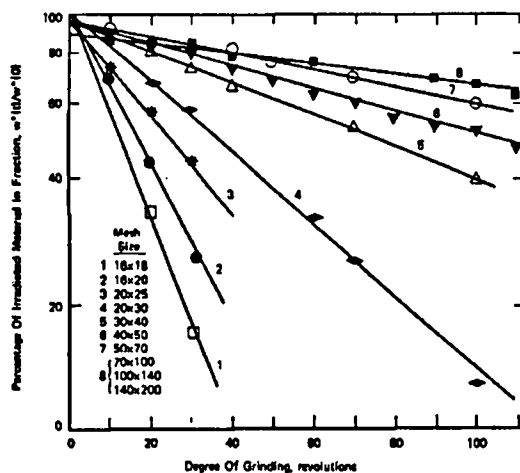


figure I-13: Linéarité d'une tranche au sein d'une distribution granulométrique.

(Gardner et Austin, 1962)

De nombreuses expérimentations effectuées dans différents types de broyeurs réservoir (broyeurs à boulets, broyeurs à marteaux, broyeurs à lames) montrent qu'il peut arriver que l'on dévie de l'hypothèse de premier ordre. Mais elle représente, en règle générale, une bonne approximation de la réalité. Dans d'autres cas, la linéarité a été démontrée sous certaines conditions particulières. Par exemple dans le cas des broyeurs Hardgrove, la linéarité est vérifiée pour le charbon à condition d'éviter le surbroyage. Elle a aussi été vérifiée dans le cas de petits broyeurs verticaux lorsqu'ils sont utilisés en mode batch sans ventilation (Austin et al., 1984).

L'identification de la fonction S s'effectue à partir des valeurs discrètes mesurées lors d'essais batch similaires à ceux présentés ci-dessus et réalisés sur différentes tranches granulométriques. On peut ainsi tracer l'évolution de S en fonction de la granulométrie des produits, comme on en donne une illustration sur la figure I-14.

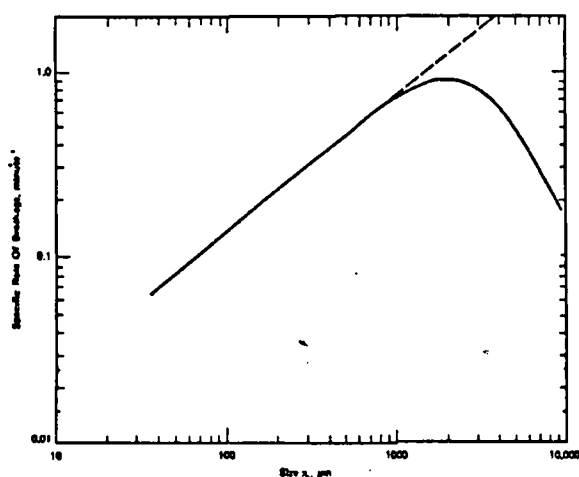


figure I-14: Variation de la fonction de sélection avec la granulométrie.

(Austin et al., 1984)

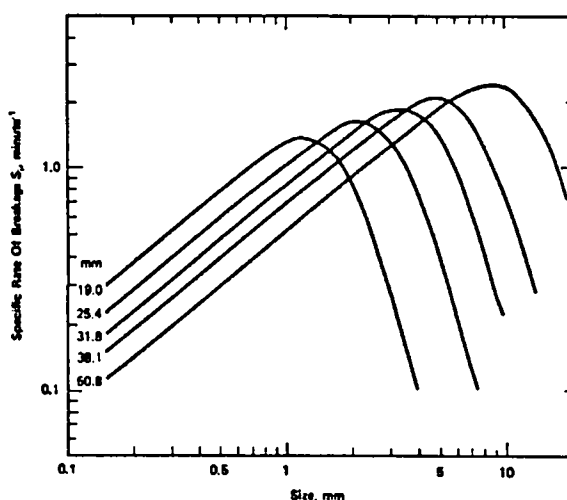


figure I-15: Variation de la fonction de sélection avec la taille des boulets.

(Austin et al., 1984)

La fonction S peut aussi dépendre d'autres paramètres. Par exemple, dans le cas des broyeurs à boulets, la fonction de sélection S dépend de nombreux paramètres parmi lesquels nous pouvons citer:

- la vitesse de rotation du broyeur, qui conditionne directement le mouvement de la charge en boulets et donc l'apparition des événements de broyage.
- La charge en corps broyants, en effet chaque taille de boulets s'attaque préférentiellement à certaines tranches granulométriques, comme on le montre sur la figure I-15.

Par analogie on peut supposer que dans le cas du broyage par compression, la fonction S est sensible à certains paramètres qu'il conviendra d'identifier.

I.7.2. Fonction de broyage B

Lorsque des matériaux d'une tranche granulométrique j sont broyés, on génère une distribution complète de tailles de fragments. Cette distribution appelée « fonction de broyage primaire », est notée $B_{i,j}$. Elle représente la fraction cumulative en masse des matériaux quittant l'intervalle j et de taille inférieure à x_i (borne supérieure de l'intervalle i). La fraction de matériaux qui quitte l'intervalle j et qui apparaît dans l'intervalle i, notée $b_{i,j}$, peut être simplement calculée par: $b_{i,j} = B_{i,j} - B_{i+1,j}$.

Dans le cas où $B_{i,j}$ est proportionnel au rapport x_i/x_j (le rapport entre les mailles définissant les bornes supérieures des intervalles i et j) la fonction B est dite normalisable. Ce qui apporte une simplification notable dans la formulation de B. En effet, si les mailles des tamis bornant ces intervalles suivent une série géométrique de raison R (comme c'est le cas des séries normalisées), alors nous avons: $B_{i,j} \sim x_i/x_j \sim R_{i-j} \sim B_{i,j}$. En d'autres termes B peut s'exprimer sous la forme d'un vecteur colonne (on peut mener le même raisonnement pour $b_{i,j} = B_{i,j} - B_{i+1,j} = b_{i,j}$). On donne une illustration de cette simplification sur la figure I-16.

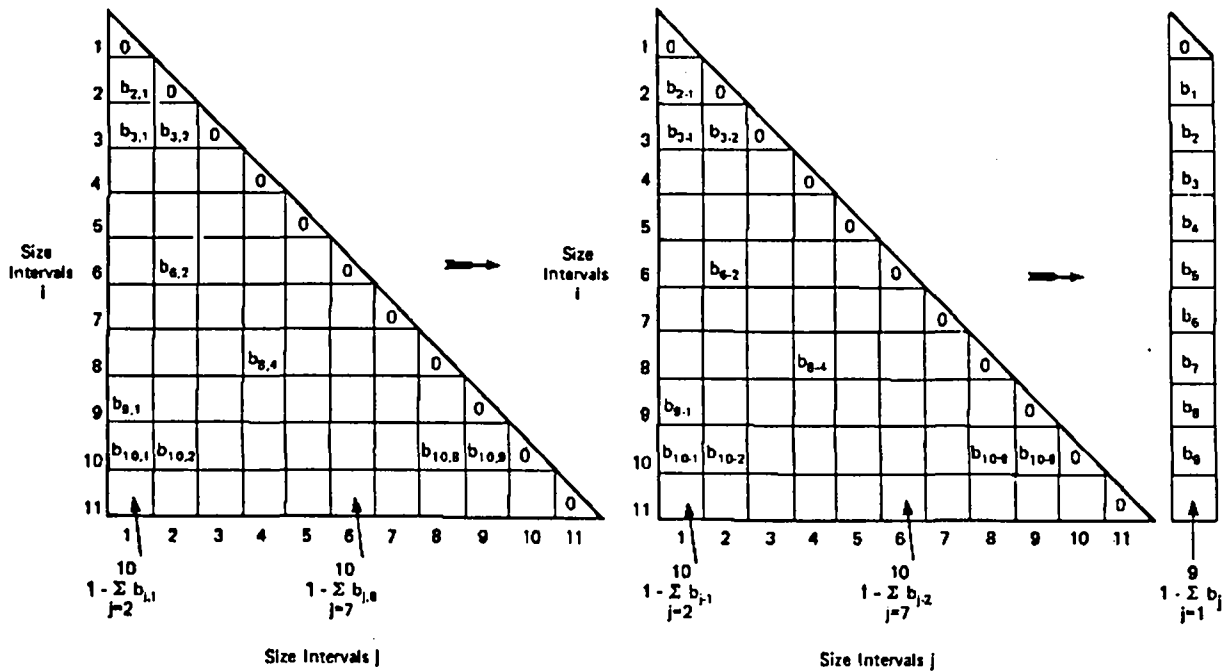


figure I-16: Transformation d'une fonction de broyage normalisable.

(Austin et al., 1984)

La formulation mathématique de la fonction B la plus utilisée est celle de Austin et al. (1984), elle s'exprime sous la forme:

$$B_{i,j} = \phi_j \left(\frac{x_{i-1}}{x_j} \right)^\gamma + (1 - \phi_j) \left(\frac{x_{i-1}}{x_j} \right)^\beta \quad (0 \leq \phi_j \leq 1)$$

Où ϕ , γ et β sont des caractéristiques du matériau définies sur la figure I-17. Austin et al. (1984) proposent également une méthode d'identification pour δ .

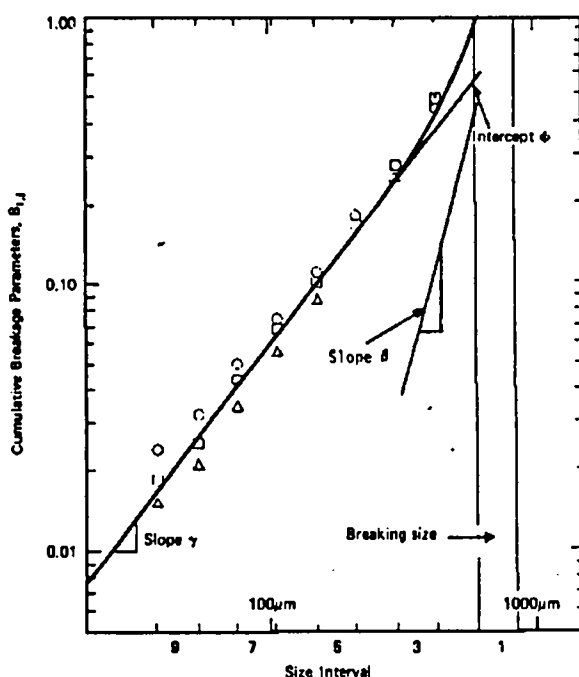


figure I-17: Identification des paramètres de la fonction de broyage

(Austin et al., 1984)

Dans la pratique, la fonction B est identifiée à partir d'essais en mode batch sur des tranches granulométriques unitaires et pour des temps de séjour très courts (qui ne mettent en jeu que le broyage des particules de la tranche initiale et peu de surbroyage). Plus la fraction du matériau ayant quitté la première tranche est faible, meilleure est l'estimation de B. Seulement, plus faible est ce pourcentage, plus difficile est l'estimation de la granulométrie des produits (quantités de matériau insuffisantes). Austin et al. (1984) suggèrent de choisir l'intervalle de temps de telle manière que le pourcentage de matériaux quittant la tranche initiale soit compris entre 20% et 30%.

Austin et al. (1984) et Prasher (1987) rapportent que dans le cas des broyeurs à boulets, la fonction de broyage B est intrinsèque au matériau et quasiment indépendante du broyeur et des conditions de broyage (charge en boulets, vitesse de rotation du broyeur). Il conviendra de vérifier ce point dans le cas des broyeurs basés sur le principe du broyage par compression.

I.7.3. Loi d'écoulement des matériaux dans un broyeur.

Austin et al. (1984) avancent que dans le cas des broyeurs à boulets, il n'existe pas pour l'heure de bonne description théorique de l'écoulement des matériaux. Il n'est pas possible de formuler a priori la distribution réelle des temps de séjours, ces distributions sont mesurées expérimentalement en utilisant des traceurs.

Une première méthode consiste à utiliser par exemple dans le cas du broyage de la calcite un traceur comme le quartz qu'on injecte rapidement aux flux de matériau à l'alimentation. En sortie on prélève des échantillons à différents temps, puis on mesure la proportion de quartz en dissolvant la calcite dans un acide. Ceci permet de déterminer la distribution des temps de séjour dans le broyeur. Une autre méthode plus lourde, déjà présentée, consiste à marquer par un traceur faiblement radioactif une fraction de produit à l'alimentation. Une mesure de la radioactivité en sortie de broyeur permet d'accéder à la distribution des temps de séjour.

Nous n'avons pas trouvé dans la littérature de formulation de la distribution des temps de séjour pour les broyeurs réservoirs basés sur le principe du broyage par compression, comme par exemple les broyeurs verticaux pourtant couramment utilisés dans l'industrie. Par contre, un grand nombre de méthodes ont été proposées pour traiter la distribution réelles des temps de séjours dans les broyeurs à boulets. Une de ces méthodes consiste par exemple à considérer le broyeur comme une succession de mélangeurs parfaits, d'autres encore donnent directement une expression de la distribution des temps de séjour.

I.7.4. Calcul des paramètres.

Les méthodes expérimentales de détermination des fonctions de broyage présentées ci dessus demandent la réalisation d'un grand nombre d'essais fastidieux (réalisation des tranches, analyses granulométriques) et particulièrement coûteux. Une des méthodes pour éviter ces nombreux essais consiste à identifier par calcul les paramètres des fonctions S et B à partir de simulations d'un minimum d'essais de laboratoire. Austin et al. (1984) préconisent la réalisation d'essais sur un minimum de trois tranches granulométriques avec pour chacune un minimum de trois temps de broyage (dont un très court pour une meilleure identification de B). On utilise ensuite un algorithme de recherche d'un jeu de paramètres qui minimise la différence entre les granulométries mesurées et les granulométries théoriques calculées pour chaque temps de broyage. Le problème majeur de cette méthode est lié à l'unicité de la solution.

I.7.5. Approche globale de la modélisation

Même si nous ne traiterons pas de la modélisation des ateliers dans leur ensemble (ce qui sort du cadre de cette première étude) nous nous proposons d'en rappeler l'approche globale. Cette modélisation, qui implique de prendre en considération toutes les caractéristiques du circuit, a déjà été effectuée et validée sur de nombreux cas par le CRCM pour des ateliers de broyage équipés d'un broyeur à boulets. La méthodologie peut se résumer comme suit.

Dans un premier temps la broyabilité des matériaux est caractérisée dans un broyeur à boulets de laboratoire. Ce test, représentatif des mécanismes de fragmentation s'opérant dans les broyeurs à boulets industriels (comme le montrent Flament et al (1990 & 1991a)), permet l'identification des paramètres des fonctions de sélection et de broyage. Pour ce faire le CRCM a développé un logiciel de calcul "FBS". Ce programme recherche, à l'aide de l'algorithme de Powell (William H. et al., 1992), un jeu de paramètres minimisant la différence entre les granulométries mesurées par prélèvements au cours de l'essai de laboratoire et les granulométries théoriques calculées. Les paramètres ainsi identifiés, ainsi que toute les caractéristiques du circuit et des appareils constituants

le circuit sont alors intégrés dans le code de simulation d'atelier "BROYEUR". On trouvera dans l'article de Flament et al. (1991) et dans la thèse de Tête (1989) une description du modèle utilisé auquel Cordonnier et al. (1993) apporte un complément relatif aux derniers développements. Le modèle ainsi formulé permet non seulement de simuler correctement le fonctionnement d'ateliers standards, mais permet aussi dans le cas d'un audit d'atelier de simuler et de quantifier des phénomènes aussi complexes que le sur remplissage, l'enrobage des boulets ou encore la ventilation du broyeur. Dans le cadre de projets d'optimisation d'ateliers existants et de création de nouvelles unités, plus de quinze simulations complètes ont déjà été réalisées. Notre travail doit à terme permettre d'intégrer la modélisation des nouveaux broyeurs développés par FCB à ce code de simulation d'atelier "BROYEUR".

I.8. Modélisations dans le cas du broyage par compression

Le but de ce paragraphe est de présenter les principales modélisations du broyage par compression inspirées de la méthodologie de modélisation de l'équilibre massique par tranche.

Dans leurs travaux Fuerstenau et al. (1991, 1993b, 1995) et Kapur et al. (1992) suggèrent une modélisation des presses à rouleaux en utilisant les équations de la cinétique de broyage. L'évolution du processus y est formulée en terme d'apport énergétique plutôt qu'en terme de temps de broyage. Ce changement de variable conduit à une équation de la forme :

$$\frac{\partial M(x, E)}{\partial E} = -k_0(x)M(x, E) + \int_x^{\infty} k_0(x)b(v, x)M(v, E)dv$$

Nous reprenons ici les notations des auteurs:

- $M(x, E)$ fraction massique des particules de taille x pour un apport énergétique E
- $k_0(v)$ une fonction équivalente à la fonction de sélection
- $B(v, x)$ la fonction de broyage.

Sous forme discrète, cette formulation se traduit par le système équation:

$$\frac{dM_i(E)}{dE} = -k_{0i}M_i(E) + \sum_{j=1}^{i-1} k_{0j}b_{i-j}M_j(E)$$

La résolution de ce système d'équations s'effectue à partir des solutions de Reid (1965), on peut exprimer ces solutions par :

$$M_i(E) = \sum_{j=1}^i h_{ij} \exp(-\bar{k}_{0j} E^{1-\gamma})$$

$$h_{ij} = h_{ij}(k_{0j}, b_{i-j}, M_j(0))$$

$$\bar{k}_{0j} = \frac{A_0 x_j^q}{(1 + Qx_j^a)}$$

Où A_0, a, Q et q sont les paramètres de la fonction de sélection à identifier. Les résultats expérimentaux sont issus d'essais dans une presse à rouleaux de laboratoire. Les paramètres du modèle sont estimés à partir des données expérimentales par minimisation de la somme des carrés des différences entre les points expérimentaux et les valeurs données par le modèle pour toutes les tailles et pour toutes les énergies testées.

Sur la figure I-18, on rapporte les résultats de modélisation obtenus sur une étendue granulaire complète de minerai de Rammelsberger. Ces bons résultats sont obtenus après une seconde étape dans le calcul qui consiste à chercher la meilleure minimisation, en permettant aux paramètres une variation autour de la valeur initialement identifiées avec la forme fonctionnelle, ce processus d'identification est pour le moins surprenant!. On donne sur la figure I-19, l'évolution des fonctions de broyage B et k résultantes

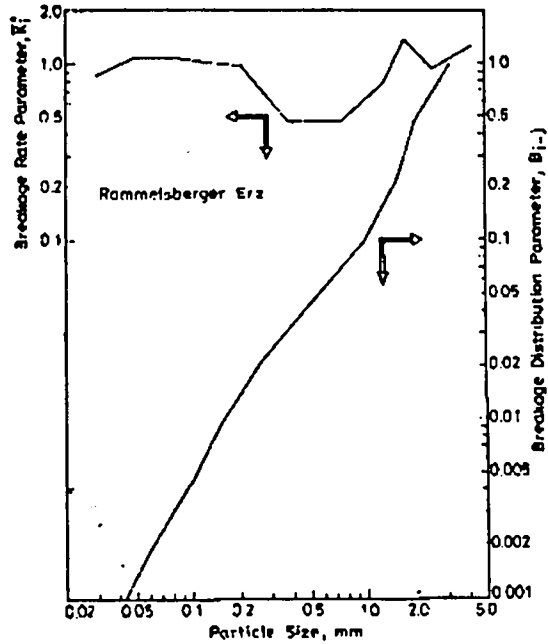
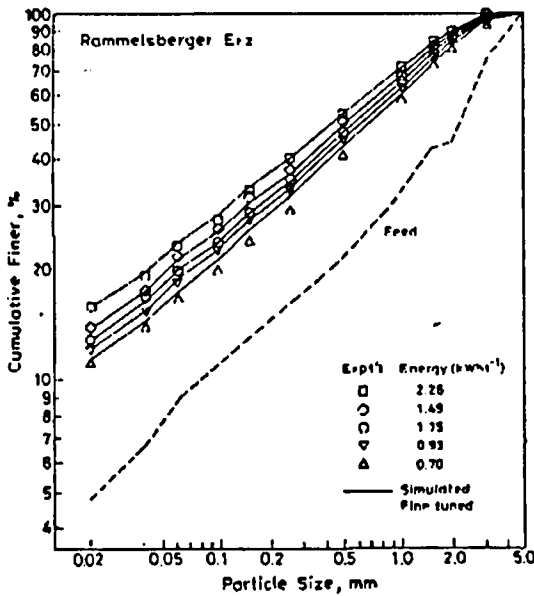


figure I-18: Résultats expérimentaux et de modélisation sur une étendue granulaire de minerai de Rammelsberger.

figure I-19: Représentation des fonctions de broyage (Fuerstenau et al., 1991)

(Fuerstenau et al., 1991)

Nous noterons que les résultats de modélisation présentés par Fuerstenau ne concernent qu'une granulométrie d'alimentation et on peut se demander si les paramètres identifiés sont utilisables pour d'autres granulométries d'alimentation ?

Dans leurs travaux Liu et al. (1994) montrent l'importance de la granulométrie des produits d'alimentation dans le cas du broyage par compression. L'idée de base que Liu et al. (1994) proposent pour tenir compte de la distribution granulométrique des produits, consiste à introduire une fonction de partage de l'énergie qui exprime une « distribution de l'énergie » entre les différentes fractions granulométriques.

Le modèle proposé par Liu et al. (1994) est formulé directement sous forme intégrale. Au système d'équations de base s'ajoute une équation d'équilibre énergétique relative à la fonction de partage de l'énergie.

$$P_i = (1 - S_i) f_i + \sum_{j=1}^{i-1} b_{i,j} S_j f_j \quad (i = 1, \dots, n)$$

$$\sum_{j=1}^n k_j f_j = 1$$

$$\text{avec: } k_j = E_j / E \quad (k_j = k_j(X_j, E, f_1, \dots, f_n))$$

La fonction de broyage est celle proposée par Schönert (1990a). L'évolution des paramètres de cette fonction de broyage est modélisée par un ensemble de relations empiriques. Un autre ensemble de relations empirique est proposé pour modéliser les évolutions de la fonction k (exprimant le partage de l'énergie entre les différentes tranches).

Remarque:

La fonction S utilisée comme équivalent de la fonction de sélection est ici définie par la fraction des particules qui quittent une tranche après compression. Cette fonction, différente de la fonction de sélection présentée dans les paragraphes précédents, est appelée fraction broyée. La formulation utilisée pour modéliser la fraction broyée est issue des travaux de Weichert (1988, 1992). Elle s'exprime sous la forme :

$$S_i(E) = S_\infty \left\{ 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{E}{E_{c,i}} \right)^\beta \right\} \right\}$$

Où:

- β facteur de forme constant,
- S_∞ est la valeur limite de la fraction broyée; la valeur de ce paramètre est une constante,
- $E_{c,i}$ est un paramètre homogène à une énergie.

Les paramètres sont identifiés à partir d'essais de compression oedométrique sur des tranches unitaires. On rapporte sur la figure I-20 les résultats de ces essais en terme de refus dans la tranche initiale (en fonction des apports énergétiques). Sur la figure I-21 sont présentées les valeurs des paramètres identifiés à partir des essais. La modélisation de l'évolution du paramètres $E_{c,i}$ retenue par les auteurs est assez grossière, ce qui explique en particulier la modélisation approximative de l'évolution des refus représentée sur la figure I-20.

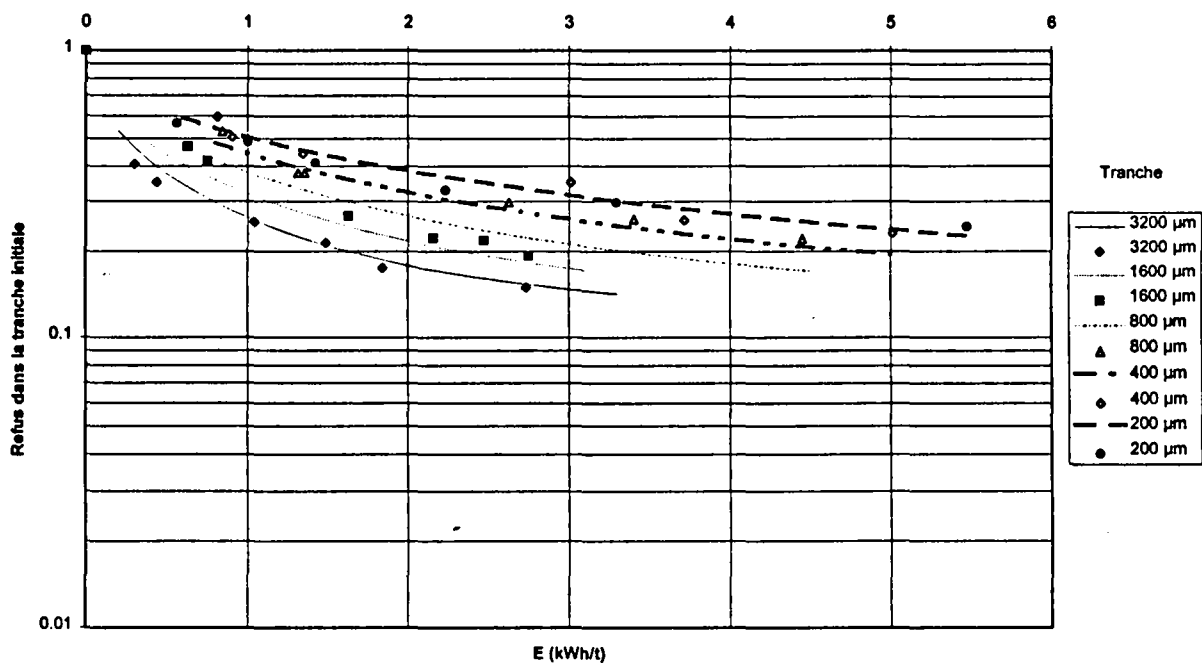


figure I-20 :évolution des refus dans la tranche initiale, Liu et al. (1994)

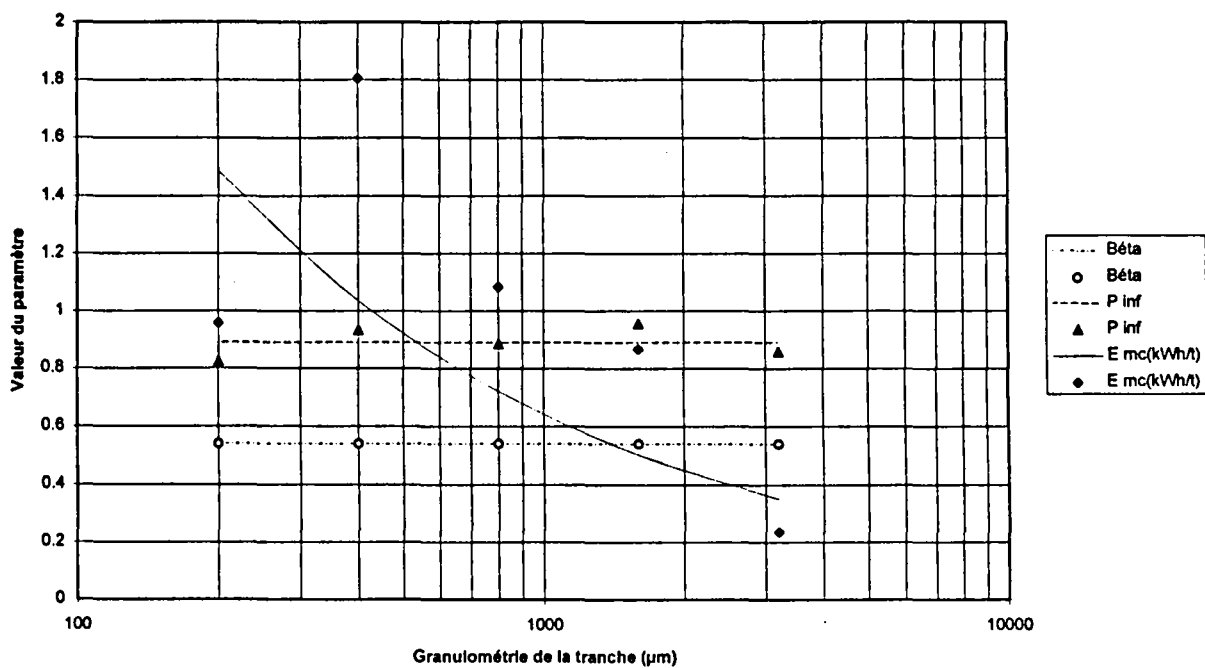


figure I-21 :évolution des paramètres, Liu et al. (1994)

On montre ci dessous (figure I-22) des résultats de modélisations obtenus par Liu et al. (1994) pour différentes granulométrie d'alimentation (conformes à celles que l'on peut rencontrer dans un circuit de broyage incluant une presse à rouleaux).

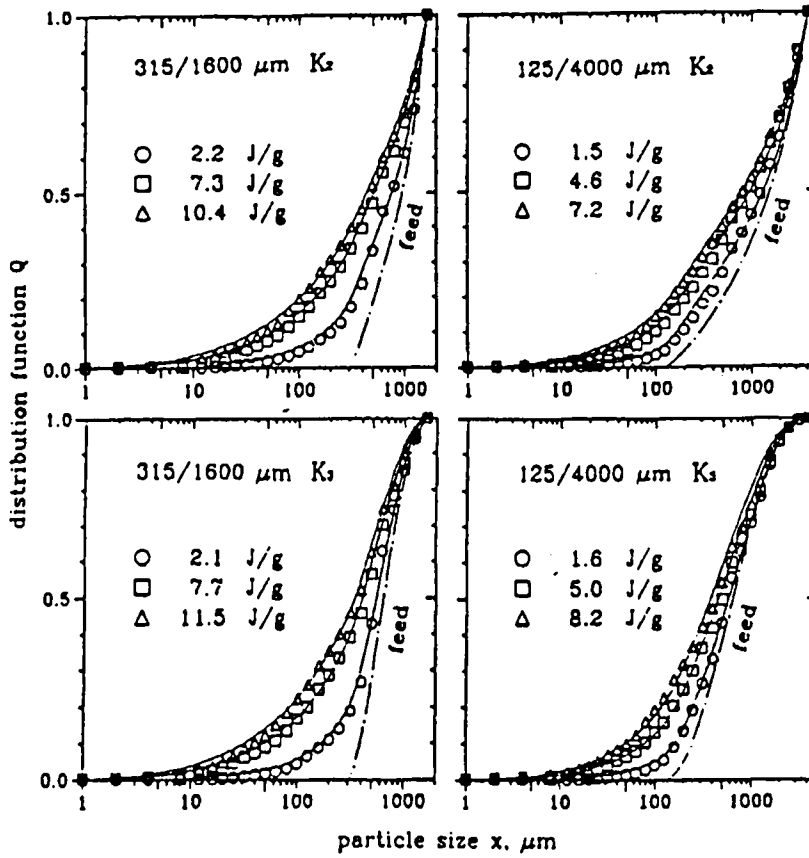


figure I-22 : résultats de modélisations de Liu et al. (1994)

Les points expérimentaux sont bien reproduits. Seulement ces résultats sont obtenus au prix d'une forte sensibilité de la fonction k vis à vis de l'étendue granulaire, comme on le montre sur la figure I-23 et la figure I-24. Nous noterons que la fonction k est aussi sensible à l'apport énergétique global.

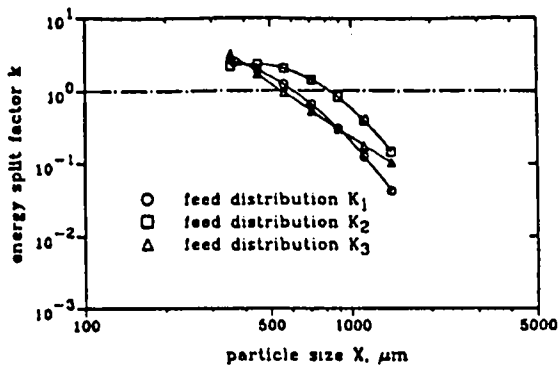


figure I-23: Facteur de partage de l'énergie pour une même étendue granulaire mais une distribution différente. Liu et al. (1994)

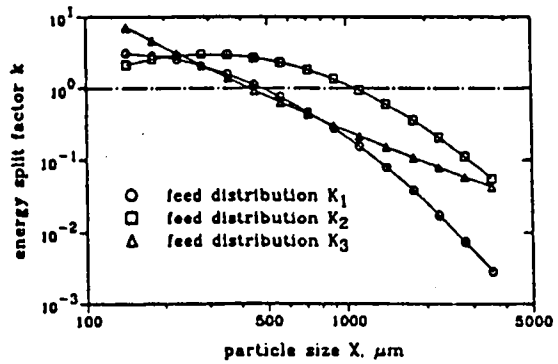


figure I-24: Facteur de partage de l'énergie pour une même étendue granulaire mais une distribution différente. Liu et al. (1994)

Si le modèle présenté par Liu et al. (1994) simule bien les résultats expérimentaux dans ce cas, on peut par contre se poser la question de la validité de la formulation pour d'autres matériaux étant donné le grand nombre de formules empiriques utilisées. Ceci pose entre autres la question de l'identification des multiples paramètres du modèle.

Globalement, ces travaux ouvrent des perspectives dans la possibilité d'utiliser la méthodologie de l'équilibre massique par tranches dans le cas du broyage par compression. Cependant, ils pèchent sur certains points qu'il est nécessaire de préciser (Austin et al., 1993). Il convient en particulier d'étudier l'influence de la granulométrie des produits comprimés mais surtout étudier la validité de l'hypothèse de linéarité. Ceci est un point important que nous examinerons dans notre étude.

I.9. Conclusions

La réduction granulométrique des matériaux intéresse de nombreuses industries. Pour certaines d'entre elles, comme la cimenterie, le broyage par compression apparaît comme une méthode efficace pour réduire le coût énergétique lié au processus de broyage. L'étude des broyeurs développés sur ce nouveau principe montre que des caractéristiques aussi importantes que la consommation énergétique ou encore le débit de matière traversant la machine, dépendent étroitement des caractéristiques rhéologiques des matériaux comprimés.

L'étude des mécanismes mis en jeu lors de la compression des matériaux granulaires, indépendamment des spécificités technologiques de chaque appareil, impose la mise en œuvre d'une méthodologie expérimentale adaptée, ceci fera l'objet du second chapitre, dans lequel nous présenterons la méthodologie expérimentale retenue. Ce dispositif doit permettre d'étudier l'évolution de la granulométrie lors de la compression ; il doit aussi permettre d'étudier le comportement rhéologique du matériau comprimé.

Un des aspects de l'étude concerne la modélisation de l'évolution de la granulométrie des produits. L'estimation correcte de cette évolution impose de ne pas nous satisfaire de résultats globaux comme ceux fournis par les lois énergétiques et motive une modélisation plus rationnelle. L'étude comparative des différentes méthodes utilisées pour modéliser l'évolution des granulométries montre que la seule qui permette de tenir compte de tous les éléments constituant un atelier de broyage est celle basée sur l'équilibre massique par tranches. Elle consiste à suivre l'évolution de la quantité de matériaux dans chaque tranche granulométrique au cours d'un processus de broyage. C'est cette méthode que nous nous sommes fixés comme fil conducteur. Dans le cas des broyeurs réservoir, l'identification des fonctions traduisant la cinétique du broyage impose la réalisation d'essais en batch sur différentes tranches granulométriques et pour différents apports énergétiques. C'est l'objet du troisième chapitre où nous présenterons la transposition directe de la méthode au cas du broyage par compression.

Un autre point important de notre travail concerne l'étude de la rhéologie des matériaux granulaires. Le but principal recherché est la formulation d'une relation entre les contraintes et les déformations lors de la compression. Cette relation apparemment simple intègre en fait un grand nombre de phénomènes difficiles à modéliser. Ainsi le nombre et la complexité des phénomènes mis en jeu empêchent pour l'heure toute tentative de modélisation complète du comportement tel qu'on pourrait l'envisager dans des cas plus simples. Les résultats présentés dans la littérature concernent essentiellement des essais sur tranches granulométriques unitaires. Or on ne peut affirmer que le comportement de ces tranches est représentatif de celui des étendues plus larges rencontrées dans les broyeurs industriels. Ceci motive une étude plus complète de la rhéologie des matériaux granulaires lors de leur compression et en particulier une étude de l'impact de la granulométrie sur le comportement, c'est ce qui fera l'objet du quatrième chapitre.

Jusqu'à présent, l'étude n'a concerné qu'une unique compression des produits. Or, les broyeurs de nouvelle génération développés par FCB (HOROMILL®, et RHODAX®) fonctionnent suivant le principe dit de « broyage par multicompression ». L'apport énergétique s'effectue cette fois en quelques compressions de moyenne intensité chacune séparée d'une désagglomération. C'est l'étude de cette méthode de broyage qui fera l'objet du dernier chapitre. Les objectifs sont multiples : il faut mettre en place une méthodologie expérimentale de multicompression. Nous quantifierons les réductions granulométriques obtenues et comparerons les résultats obtenus à ceux du broyage par compression classique. Nous étudierons ensuite l'évolution du comportement du lit de matériaux en fonction du nombre de compressions. Enfin, nous étudierons l'évolution du comportement au broyage des tranches granulométriques en terme de refus dans la tranche initiale. Le but est de tirer des conclusions sur la validité de l'hypothèse de premier ordre dans le cas du broyage par multicompression.

II. Chapitre 2: Méthodologie expérimentale et premiers essais.

II.1. Introduction

L'étude du broyage des matériaux par compression unique puis par multicompression, indépendamment de la spécificité technologique de chaque type de broyeur, impose la mise en œuvre d'une méthodologie expérimentale adaptée. Elle doit reproduire le plus fidèlement possible les sollicitations rencontrées dans les broyeurs industriels. Le but de ce chapitre est de présenter un dispositif expérimental à même de reproduire ces sollicitations. Il doit non seulement nous permettre d'étudier l'évolution de la granulométrie du matériau comprimé, mais aussi le comportement rhéologique de ce dernier. En effet, dans le cas du broyage par compression, la relation qui lie les contraintes aux déformations conditionne les apports énergétiques ainsi que l'action globale de broyage. Dans un premier temps nous présentons la méthodologie expérimentale retenue.

II.2. Description de la cellule et du type d'essai

Dans les broyeurs qui mettent en œuvre la compression d'un lit de matériaux (par exemple les presses à rouleaux ou l'HOROMILL®), le champ des contraintes générés dans la zone de compression est complexe et dépend de nombreux facteurs. Comme en attestent les mesures des pressions effectuées à différents endroits de la surface des rouleaux dans différentes configurations par Feige (1989) et Lubjuhn et al.(1993). Malgré tous les effets qui influencent la répartition des contraintes au sein du lit de matière, on peut néanmoins considérer que ces contraintes sont essentiellement de type compression simple. C'est l'apport énergétique global qui détermine principalement la réduction granulométrique lors de la compression. L'étude des mécanismes mis en jeu lors de la compression, indépendamment de la spécificité technologique de chaque appareil, impose de simuler le processus de base de compression dans des conditions parfaitement définies. L'essai de laboratoire qui correspond le mieux à ces exigences est l'essai de type oedométrique adapté aux fortes sollicitations. En effet les pressions maximales appliquées sur le lit de matériau peuvent être de plus de 300 MPa.

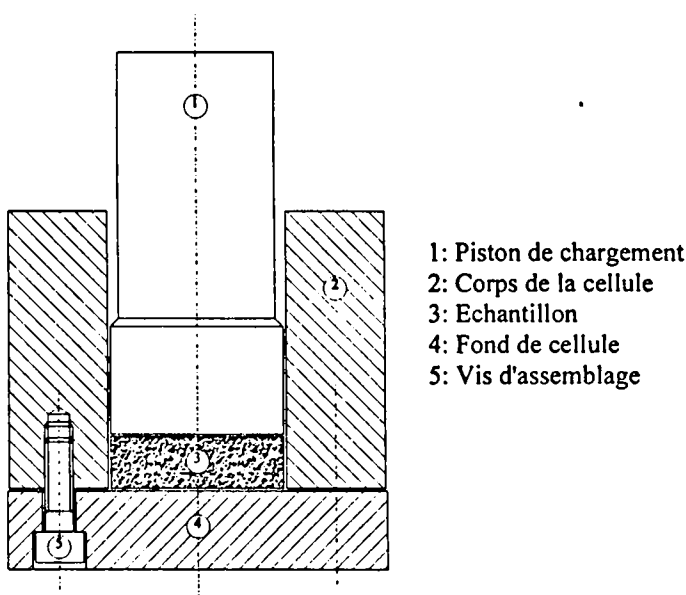


figure II-1: Cellule d'essais

Dans une cellule oedométrique, dont on donne une représentation sur la figure II-1, un lit de matière cylindrique repéré 3 est comprimé par un piston (repéré 1) dans le fond d'une cellule (repères 2 et 4).

Dans cet essai le confinement modifie le champ des contraintes dans le lit de matériau et il convient de sélectionner des conditions géométriques pour les dimensions du lit et la taille maximale des particules de telle manière que l'effet de la géométrie puisse être négligé. Nous reviendrons sur ce point primordial après avoir présenté l'intégralité de la méthodologie expérimentale et les moyens de dépouillement.

II.3. Présentation du système de chargement

Le chargement s'effectue entre les plateaux d'une presse hydraulique de laboratoire LOSS de capacité 2500kN, schématisée sur la figure II-2. Cette presse est pilotée par une baie de contrôle MTS. Parmi les principaux réglages nous citerons:

- Types de pilotage: Le pilotage peut s'effectuer en force ou en déplacements imposés. Nos essais sont pilotés en force. Nous imposons une force et mesurons la réponse de l'échantillon en terme de déformations.
- Gamme des forces 250, 500, 1250 et 2500 kN. Les gammes principalement utilisées lors de nos essais sont 1250 et 2500 kN. Ce qui correspond, ramené au diamètre de la cellule, à des pressions maximales de 200 et 400 MPa.
- Gamme des déplacements 5, 10, 25 et 50mm. La gamme utilisée est 50mm du fait des grandes possibilités de déformations des matériaux granulaires lors des compressions.
- La vitesse de chargement: Elle est réglable de quelques secondes à quelques heures. Nous utilisons des temps de chargement très courts de l'ordre de la dizaine de secondes de manière à nous rapprocher le plus possible des conditions de chargement dans les broyeurs industriels. Nous ne pouvons donc pas pour ces essais considérer l'hypothèse de chargement quasi statique couramment utilisée en mécanique.

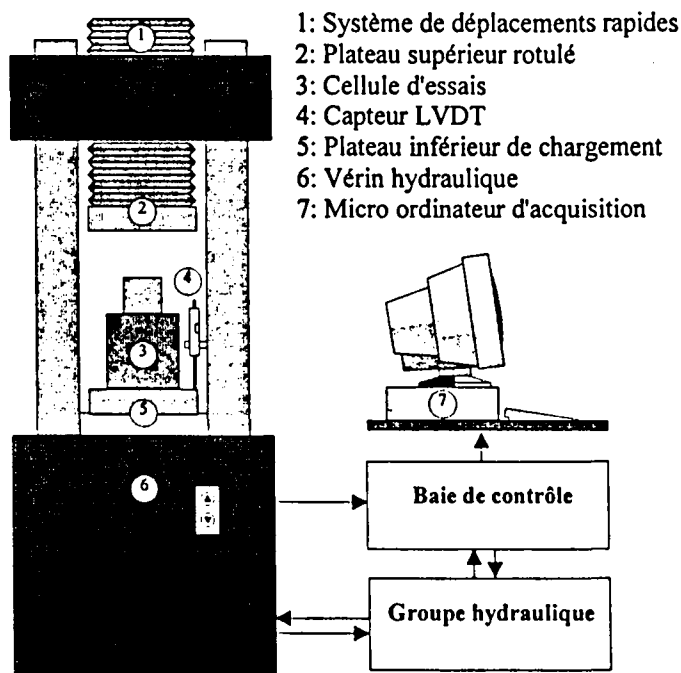


figure II-2: Dispositif expérimental.

La mesure des déplacements est assurée par un capteur de type LVDT, repère 4, dont le corps est solidaire du bâti de la presse. On mesure directement les déplacements du plateau mobile de la presse, repère 5. L'épaisseur initiale de l'échantillon est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse avant que la cellule ne soit déposée entre les plateaux. La mesure de la force générée par le vérin hydraulique est assurée par un capteur de pression intégré au groupe hydraulique.

Les signaux émanant de ces deux capteurs sont conditionnés dans la baie MTS sous la forme d'un courant continu 0-10 volts, 10 volts correspondant à la pleine échelle de la gamme utilisée. Ces signaux analogiques sont collectés en sortie de baie et numérisés sur un micro ordinateur équipé d'une carte d'acquisition.

II.4. Présentation des résultats

Les résultats sont enregistrés dans des fichiers où figurent aussi tous les réglages propres à l'essai. L'avantage d'une telle méthode est de ne plus avoir à rechercher après coup les réglages propres à chaque essai. L'ouverture d'un fichier de stockage provoque l'ouverture des feuilles et modules de dépouillement dans lesquels les données sont importées et traitées automatiquement. Les données initialement exprimées en volts sont converties en couples contraintes déformations. Après que les déformations à vide aient été soustraites et les divers coefficients d'étalonnage appliqués.

Le calcul de l'énergie spécifique peut se résumer à l'évaluation de l'intégrale suivante:

$$E_s = \frac{A}{M} \int_0^{S_{Max}} P(S) dS$$

Avec:

- E_s l'énergie massique,
- A la surface de chargement,
- M la masse de l'échantillon
- S le déplacement du piston.

Ce calcul est effectué automatiquement dans la feuille de dépouillement. Les valeurs empreintes du monde industriel sont exprimées en kWh/t. Il aurait fallu en toute rigueur qu'elles soient exprimées en joules par kilogrammes.

Dans les études relatives au broyage par compression, la relation entre les contraintes et les déformations s'exprime couramment par la relation entre la pression et la compacité du matériau au cours de la compression. On définit la pression comme une pression moyenne appliquée au lit de matière. Elle est calculée par le rapport de la force générée entre les plateaux sur la section de l'échantillon. La compacité est définie comme le rapport de la densité apparente sur la densité réelle du matériau. C'est ce type de représentation couramment utilisée que nous avons choisi pour nos résultats.

II.4.1. Formulation de la relation pression compacité

Les paramètres des trois formulations de la relation pression compacité présentées dans le chapitre consacré à la bibliographie (Fuerstenau, Schönert, CRCM) ont été systématiquement identifiés pour chaque essai de manière à pouvoir comparer nos résultats avec ceux de la littérature.

Ces paramètres sont identifiés par minimisation des carrés des différences entre les points expérimentaux et modélisés. On représente sur la figure II-3 une feuille de dépeuillement classique.

Référence de l'essai : 008B1.TRT

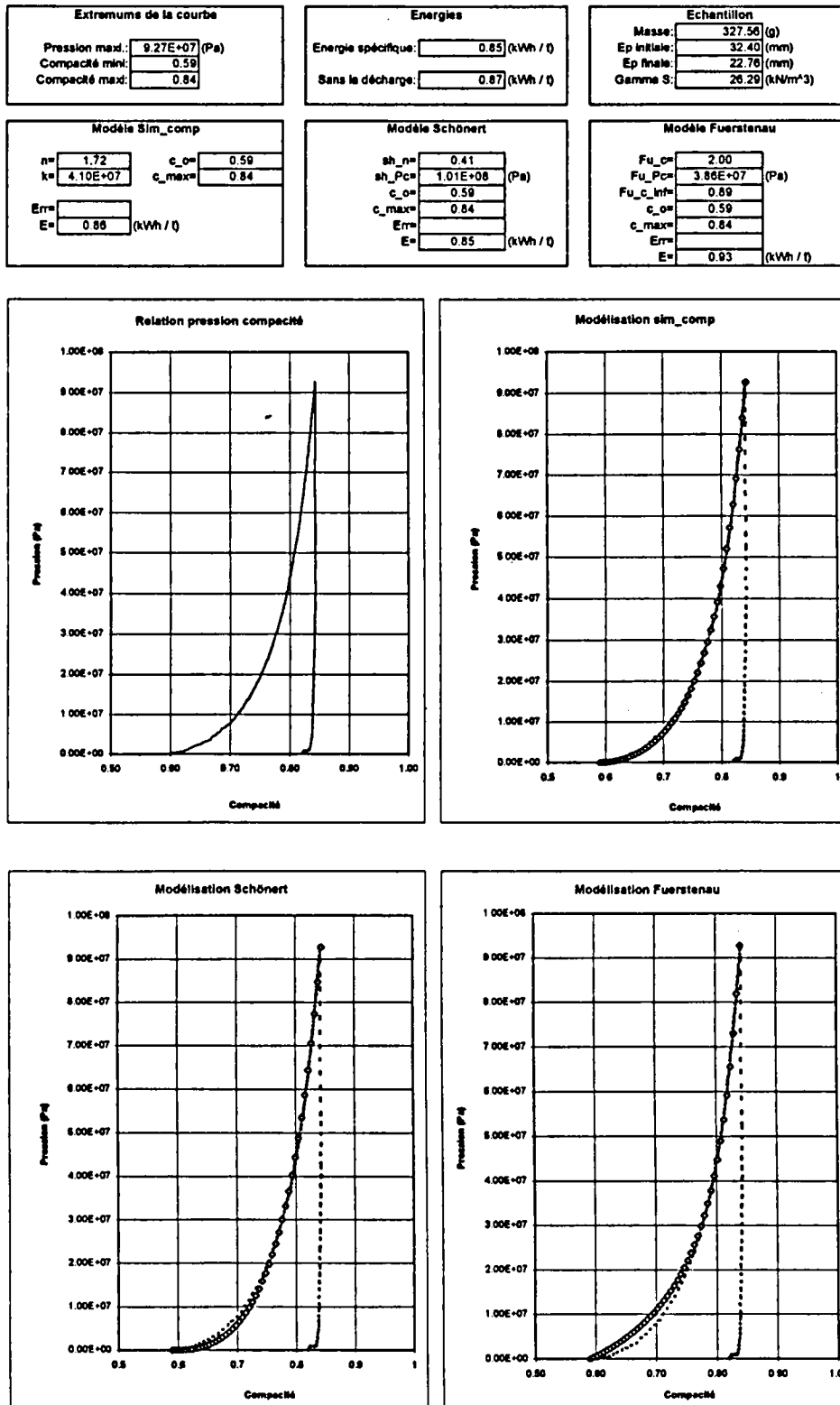


figure II-3: Exemple de dépeuillement standard, relation pression compacité

Une comparaison systématique des trois modélisations sur l'intégralité de nos essais (quel que soit le matériau et la granulométrie du produit), montre que c'est le modèle utilisé au CRCM qui

permet les meilleures approximations des points expérimentaux. Il n'existe pas de raisons fondamentales à cela, les relations utilisées étant toutes empiriques. Il faut juste voir en cela une meilleure flexibilité de la formulation mathématique.

II.4.2. Etalonnage du dispositif expérimental et incertitudes

L'étalonnage du capteur de force a été effectué par comparaison avec un capteur de référence placé entre les deux plateaux de la presse. L'étalonnage du capteur de déplacement LVDT a été réalisé par comparaison directe avec un comparateur.

Une mesure précise des déformations générées dans le lit de matériau impose l'évaluation des déformations à vide induites dans le système presse cellule. Une première série d'essais avec la cellule à vide nous a permis de mettre en évidence un comportement fortement non linéaire de la courbe forces déformations. Après un grand nombre d'essais pour vérifier ce phénomène et sa répétabilité, nous avons formulé un modèle mathématique exprimant les déformations à vide en fonction de la force entre les plateaux de la presse. Puis les coefficients de cette formulation ont été estimés par minimisation des carrés des écarts entre points expérimentaux et théoriques.

L'évaluation de l'énergie est entachée d'incertitudes autres que celles liées aux incertitudes sur les mesures de force et de déplacements. En effet, l'évaluation de l'énergie élastique emmagasinée dans l'échantillon et le corps de la cellule est délicate pour différentes raisons:

- La conception du système hydraulique empêche l'asservissement de la phase de déchargement (le vérin hydraulique de chargement est de type simple effet). La pression est relâchée brusquement lorsque la pression maximale demandée est atteinte. Pendant cette phase de déchargement très brève, le taux d'échantillonnage ne permet que l'acquisition de quelques points de mesures. D'autre part des termes inertiels inconnus interviennent dans le système. Une solution, quoique délicate d'un point de vue réalisation, aurait été de limiter le débit de retour de l'huile au groupe hydraulique.
- Toute l'énergie restituée ne l'est pas directement pendant la décharge. En effet en fin d'essai l'échantillon se présente sous la forme d'une pastille cylindrique compacte encastrée dans le fond de la cellule. Il conviendrait en toute rigueur d'évaluer l'énergie emmagasinée avant la phase de démoulage (par exemple à partir de mesures des déformations du corps de la cellule par des jauges de contraintes). Compte tenu des pressions maximales envisagées dans l'étude (de l'ordre de 100 MPa) et du dimensionnement généreux de la cellule, nous négligerons cet erreur.

L'évaluation des compacités posait aussi quelques problèmes. En effet, dans les essais de compression, le contact entre le haut du piston de la cellule et le plateau supérieur de la presse n'est pas immédiat. La détection du contact (donc du début effectif de la compression) est délicate et induit des erreurs dans l'évaluation des compacités. Certains auteurs détectent le début effectif de la compression à partir de l'augmentation de la force. Cette méthode semble peu précise. En effet, au début du chargement l'échantillon présente une raideur quasi nulle (importants réarrangements intergranulaires sans augmentation de la force). Ceci empêche l'identification précise du début de l'augmentation de la force. Nous avons résolu ce problème en équipant notre dispositif expérimental d'un témoin électrique qui s'établit au moment du contact entre le plateau supérieur et le piston de la cellule. En outre, le plateau supérieur de la presse, monté sur rotule, peut se positionner de travers. Les plateaux de la presse ne sont alors plus parallèles, ce qui provoque un contact non uniforme avec le piston de la cellule oedométrique et induit une erreur dans l'évaluation des compacités. Il convient donc de s'assurer avant chaque essai du parallélisme des deux plateaux.

II.5. Matériaux utilisés dans l'étude

Les matériaux choisis devaient avant tout présenter un intérêt dans le domaine de la cimenterie et de la minéralurgie. Trois matériaux ont été retenus :

Le premier est un calcaire, un des composants principaux dans la fabrication du ciment. Notre choix s'est porté sur le calcaire de Gaurain Ramecroix, une importante carrière Belge. Une quantité de 250 kg de ce calcaire a été réduite à une granulométrie maximale de 6,3mm par concassage et criblage. Cette quantité importante de matériaux, était pour nous la garantie de réaliser tous les échantillons à partir d'une même souche. De manière à assurer la représentativité de chacun des échantillons, le lot de base a été séparé dans un échantillonneur à couloirs tel que prescrit par GY (1975) dans sa théorie de l'échantillonnage.

Pour compléter l'étude, des séries d'essais ont été réalisés sur d'autres matériaux. Du porphyre, plus dur que le calcaire et un mélange clinker gypse à la base de la fabrication du ciment. Ce mélange provient de la cimenterie de Trino (Italie). Les essais sur le mélange clinker gypse ont été réalisés rapidement après la réalisation des échantillons pour les problèmes de stabilité dans le temps du clinker.

II.6. Produits obtenus après compression

II.6.1. Introduction

Après la compression, l'échantillon se présente sous la forme d'une pastille cylindrique compacte encastrée dans le fond de la cellule. La récupération s'effectue par démontage du fond. Les pressions utilisées dans la majorité de nos essais (inférieures à 100 MPa) sont telles que l'agglomération n'est pas trop forte. Quelques légers coups de maillet suffisent pour casser la pastille encastrée au fond de la cellule. Les matériaux (sous forme d'agglomérats) sont alors récupérés pour effectuer une analyse granulométrique.

Les matériaux recueillis après la compression se présentent sous la forme de plaquettes plus ou moins agglomérées (en fonction du produit et des pressions maximale utilisées). L'évaluation de la granulométrie des produits qui nécessite un produit pulvérulent, impose la mise en place d'une méthodologie de désagglomération. Le but principal est la séparation des agrégats en particules élémentaires et il faut limiter au maximum toute nouvelle action de réduction granulométrique. Plusieurs méthodes de désagglomération ont été proposées dans la bibliographie.

Dans la méthode présentée par Aziz et al. (1980) (immersion dans une fiole de méthanol), on peut se questionner sur l'efficacité et la répétabilité de l'agitation de la fiole contenant le mélange constitué par le produit et le méthanol. La méthode manuelle utilisée par Müller et al.(1990) fait appel à un tamisage à sec, simple à mettre en œuvre. Seulement l'opération paraît peu précise du fait de la désagglomération manuelle des plaquettes. La solution par ultra sons proposée par Schmitz et al. (1992, 1993) paraît séduisante, seulement les essais que nous avons réalisés dans les cuves à ultra sons dont nous disposons se sont révélés infructueux. Les plaquettes conservent leur cohésion après le passage dans le bain d'ultra sons et il faut utiliser une autre méthode pour terminer la désagglomération.

Dans un article sur le comportement des plaquettes au broyage, Göll et al. (1989) comparent différentes méthodes de désagglomération des plaquettes dans les ateliers de broyage et concluent que la plus efficace est un broyeur à boulets avec une faible charge en corps broyants. S'inspirant de cette remarque nous nous sommes orientés vers un appareil de laboratoire « Turbula », utilisé pour effectuer un mélange homogène des produits en chimie. La désagglomération s'effectue dans un

réceptacle cylindrique en plastique contenant les produits à désagglomérer et les corps broyants qui sont constitués par des boulets de corindon. L'ensemble est agité d'un mouvement rapide et complexe dans les trois dimensions de l'espace. En référence au nom de l'appareil utilisé, nous nommerons cette action « turbulage » dans la suite du document.

L'avantage d'une telle méthode, en plus de sa simplicité, est qu'elle s'effectue en voie sèche avec tous les avantages que cela suppose, en particulier la possibilité d'effectuer directement les analyses granulométriques par dépression d'air "ALPINE". En outre cette méthode mécanisée et dont la durée est imposée par un minuteur permet de réduire les biais afférents à l'opérateur.

II.6.2. Désagglomération des produits

La mise en place d'une telle méthodologie impose le choix du nombre de boulets et d'une durée de turbulage. Un nombre trop important de boulets transformerait le désagglomérateur en broyeur. Une durée trop longue serait la source d'une abrasion importante des matériaux. Des essais ont été réalisés pour évaluer ces effets et fixer les conditions expérimentales. Différents matériaux très fortement agglomérés dans des presses à rouleaux industrielles ou dans notre presse de laboratoire ont été testés pour vérifier de la validité de la méthode. Dans ces deux cas les pressions maximales atteintes, de l'ordre de 300Mpa, représentent un cas défavorable en terme d'agglomération. En effet dans la majorité des essais présentés par la suite dans ce document, les pressions maximales sont inférieures à 100 MPa et donc le matériau est beaucoup moins aggloméré.

La première série de désagglomérations a été effectuée sur un mélange clinker gypse ayant subi une compression dans une presse à rouleaux industrielle, jusqu'à une pression maximale d'environ 350MPa. Les granulométries correspondantes sont représentées sur la figure II-4. La plus grossière est celle correspondant au matériau non turbulé, dans ce cas le matériau a juste été émiété manuellement. Pour les trois granulométries suivantes qui correspondent à 5 minutes de turbulage avec 2 boulets, 10 mn avec 2 boulets et 20 mn avec 2 boulets, nous constatons, conformément à ce qu'il est naturel d'imaginer, que la désagglomération s'effectue de manière progressive avec le temps de turbulage.

Référence : Clinker de Cormelle en presse à rouleaux

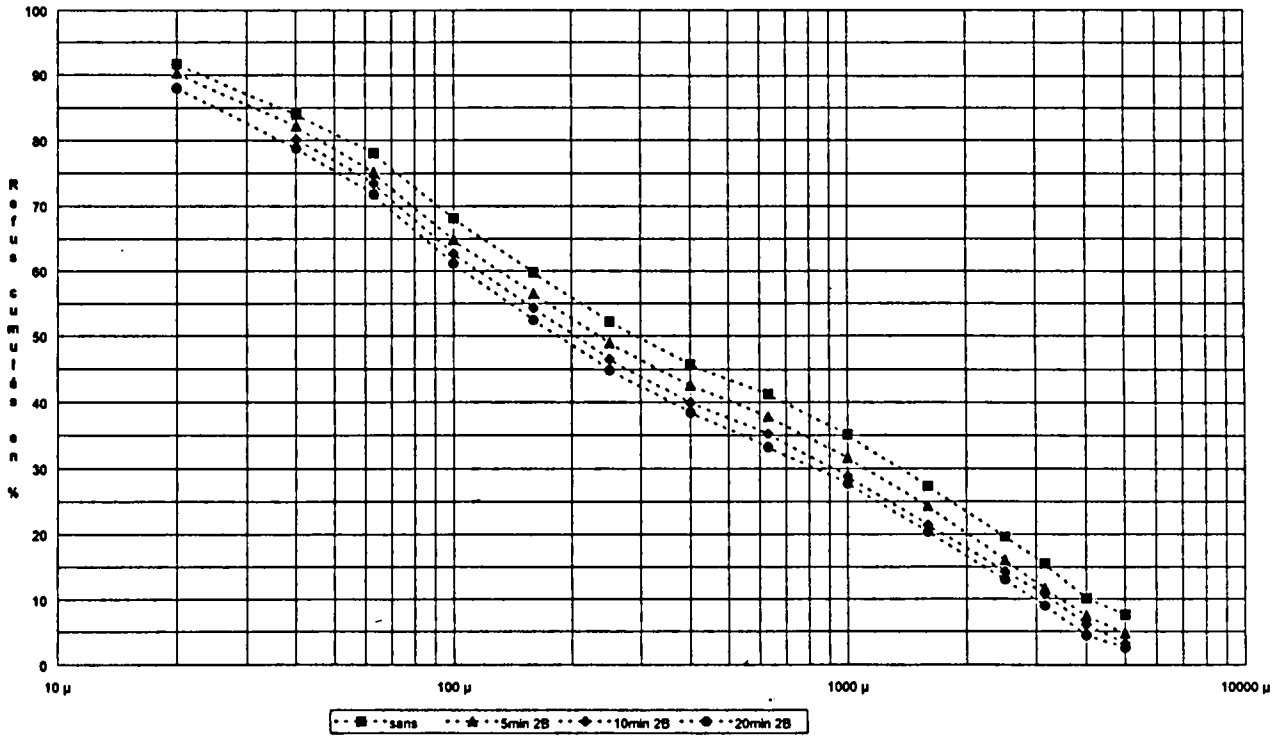


figure II-4: influence du temps de turbulage, cas d'un clinker comprimé jusqu'à 350 Mpa.

Référence : Calcaire de Gaurain en presse de laboratoire

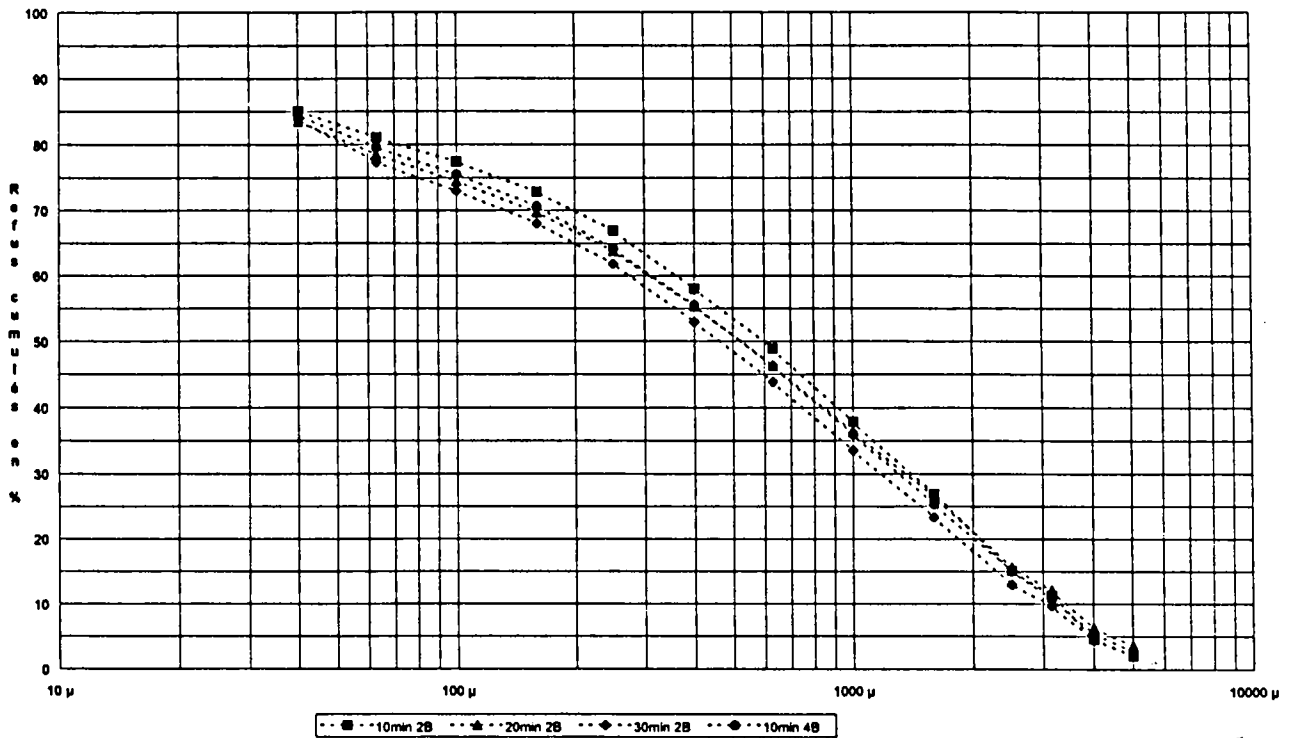


figure II-5: influence du temps de turbulage, cas du calcaire de Gaurain comprimé jusqu'à 260 Mpa.

Nous avons représenté sur la figure II-5 les granulométries d'échantillons de calcaire de Gaurain obtenus par compression dans notre cellule jusqu'à une pression maximale de 260 MPa. Comme précédemment, nous constatons une désagglomération progressive avec le temps de turbulage. On observe un tassement progressif des distributions.

Nous avons ajouté la granulométrie obtenue pour un temps de turbulage de dix minutes avec quatre boulets. Il apparaît, comme on pouvait s'y attendre, que la désagglomération est plus importante qu'avec dix minutes de turbulage avec deux boulets. En fait la désagglomération obtenue dans ce cas apparaît similaire à celle obtenue pour vingt minutes de turbulage avec deux boulets.

Une troisième série de désagglomération a été réalisée sur un mélange clinker gypse provenant de l'usine de Trino (Italie) et comprimé jusqu'à une pression maximale d'environ 350 MPa dans une presse à rouleaux industrielle. Les granulométries correspondantes sont représentées sur la figure II-6. Nous notons comme précédemment une désagglomération progressive avec le temps de turbulage.

Nous avons ajouté à ces granulométries celles correspondant à dix minutes de turbulage mais sans boulet puis avec trois boulets. Dans le cas dix minutes sans boulets, on constate visuellement qu'il subsiste de nombreuses plaquettes à la fin de la phase de turbulage. Elles ont perdu leur aspect initial au profit de formes arrondies traduisant un effet d'abrasion. De toute évidence une granulométrie effectuée sur ces produits fournit un résultat erroné. La granulométrie obtenue pour dix minutes de turbulage avec trois boulets se rapproche de celle obtenue pour vingt minutes avec deux boulets.

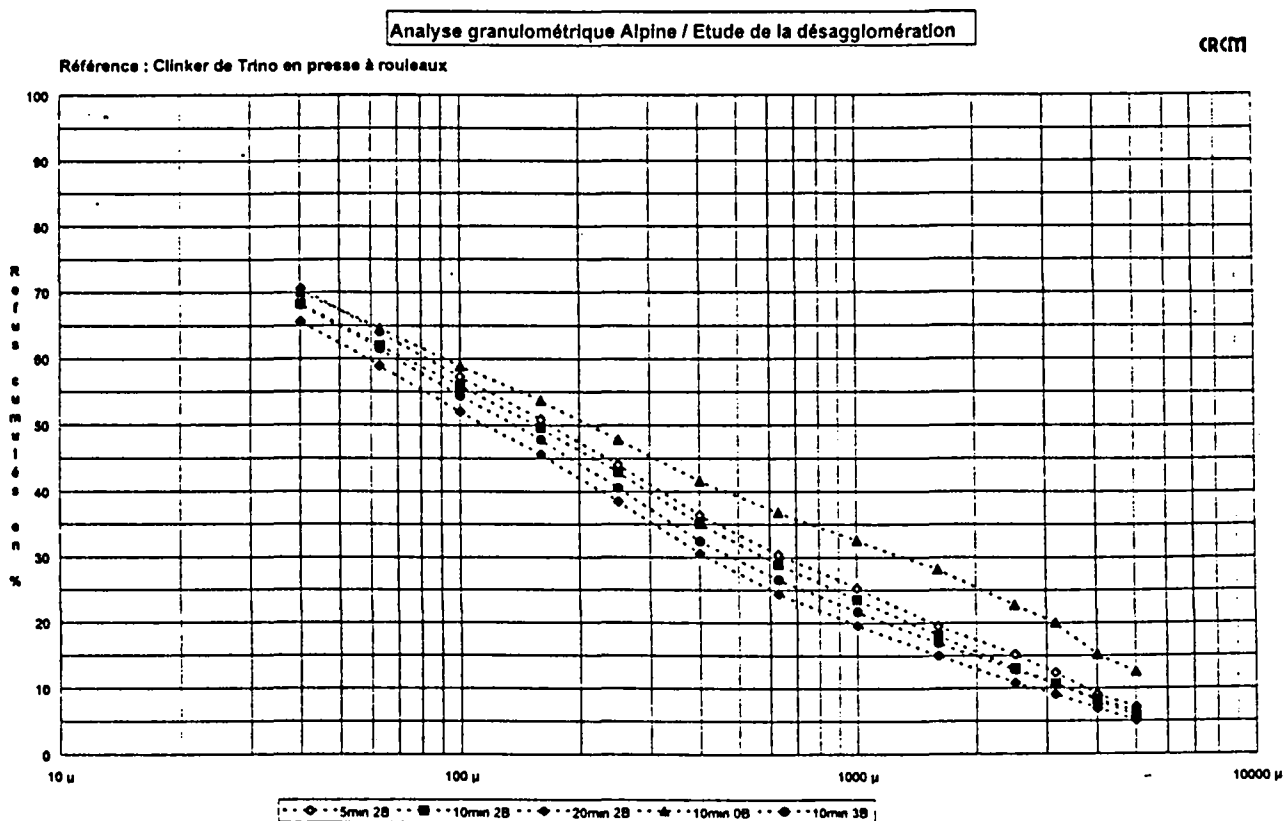


figure II-6: influence du temps de turbulage, cas du clinker de Trino comprimé jusqu'à 350 MPa.

Si ces trois séries d'essais permettent de constater une désagglomération progressive avec le temps de turbulage, aucun élément ne permet par contre de justifier le choix d'un de ces temps plutôt qu'un autre. En outre cette méthode ne permet pas de séparer l'action de désagglomération des effets d'abrasion et de broyage autogène. Pour étudier ces effets et définir un temps de turbulage, nous avons mis en place une seconde méthodologie en voie humide plus lourde ou on minimise autant que faire se peut la phase de turbulage.

La désagglomération s'effectue en voie humide. Le matériau mis en suspension dans le liquide subit dix minutes de vibromixage. Conjointement les particules et plaquettes sédimentées sont remises en suspension par un mélangeur (hélice). La solution est ensuite filtrée puis séchée à l'étuve. Après cette phase, on note encore visuellement la présence de quelques agglomérats mais qui n'ont plus aucune cohésion. On parachève mécaniquement la désagglomération par trois minutes de turbulage avec deux boulets.

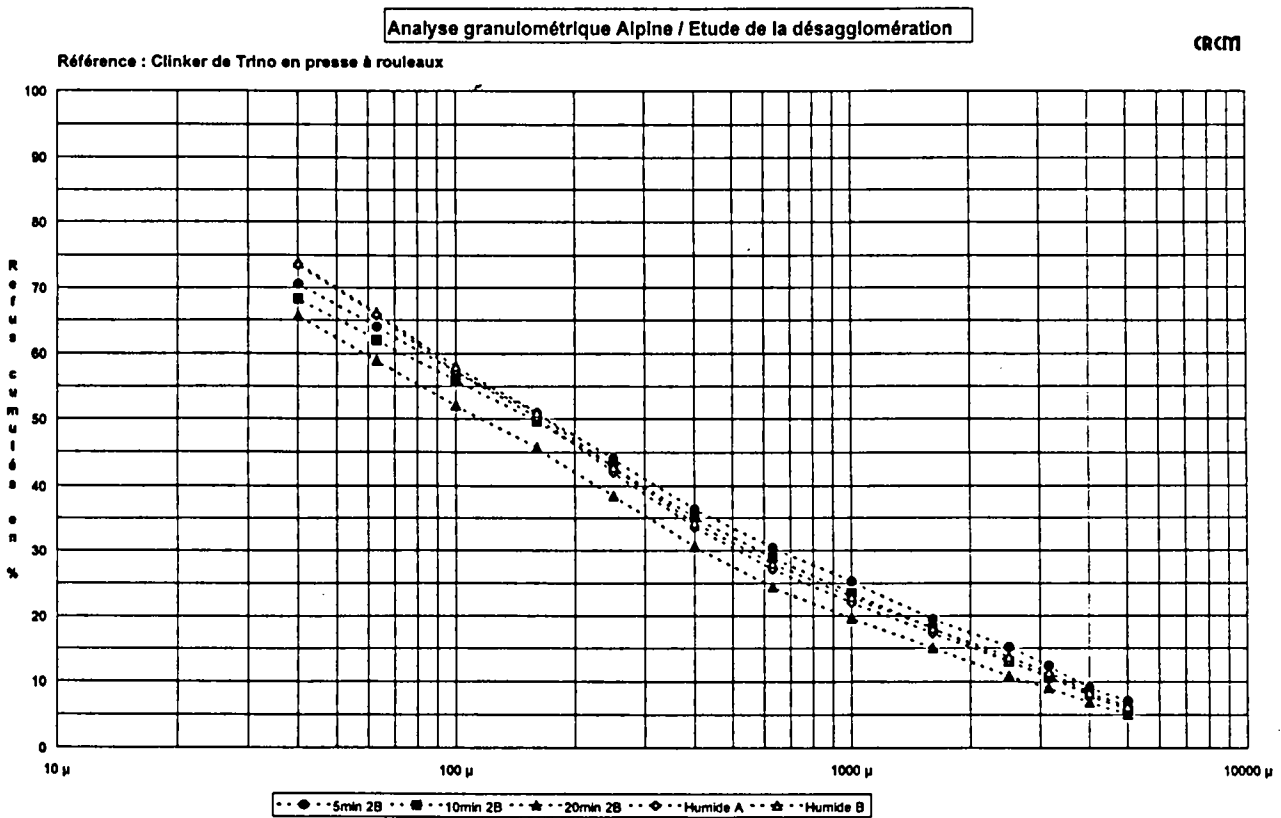


figure II-7: Comparaison de la désagglomération en voie humide et en voie sèche, cas du clinker de l'usine de Trino comprimé jusqu'à une pression maximale de 350 MPa.

Les résultats de la comparaison entre les deux méthodes (turbulage et voie humide) sont présentés sur la figure II-7. Le matériau désaggloméré est le clinker de Trino comprimé dans une presse à rouleaux industrielle jusqu'à une pression maximale de 350 Mpa. Dans le choix d'un temps de turbulage, on peut d'emblée éliminer le cas 20 mn de turbulage avec deux boulets. La courbe granulométrique sort du faisceau formé par l'ensemble des autres courbes. Dans les autres cas, pour les particules de tailles supérieures à 100µm les résultats obtenus en humide sont identiques à ceux obtenus par turbulage dans le cas dix minutes deux boulets.

Une différence apparaît pour les particules de tailles inférieures à 100 μ m. Nous obtenons plus de fines dans le cas du turbulage. Nous expliquons cette différence par l'action conjointe des deux effets suivants:

- le matériau turbulé subit un phénomène d'abrasion qui se traduit essentiellement par l'apparition de fines.
- la méthodologie semi humide est propice à la perte de fines (filtrage, envolées dans l'étuve, pertes lors de la récupération des produits séchés...).

Nous obtenons donc globalement plus de fines dans le cas du turbulage. Cette différence ne nous permet pas de conclure quand à la méthode de mesure qui fournit les meilleurs résultats en dessous de 100 μ m. Nous pouvons par contre maintenant justifier le choix d'un temps de turbulage de 10 mn comme un bon compromis. Le nombre de boulets est fixé à deux, un nombre inférieur générant des produits non parfaitement désagglomérés tandis qu'un nombre supérieur donnerait des résultats similaires aux longs temps de turbulage, dont nous avons montré qu'ils s'écartaient du cas humide.

Il convient lors de la mise en place d'une méthodologie expérimentale de vérifier de sa reproductibilité. L'objet du paragraphe suivant est d'effectuer cette vérification pour la procédure de désagglomération.

II.6.3. Reproductibilité de la méthode de désagglomération

Dans un premier temps, nous montrons la reproductibilité de la méthode humide dans deux cas: le calcaire de Gaurain comprimé jusqu'à une pression maximale de 260 MPa dans notre presse de laboratoire et le mélange clinker gypse de l'usine de Trino fortement comprimé dans une presse à rouleaux industrielle jusqu'à une pression maximale de 350 MPa. Les granulométries correspondantes sont données sur la figure II-8 et la figure II-9. Nous notons la bonne reproductibilité des courbes associées aux essais de compression sur le calcaire de Gaurain. Dans le cas du clinker de Trino elles sont quasiment superposées, mais nous ne disposons dans ce cas que de deux courbes.

Référence : Calcaire de Gaurain en presse de laboratoire

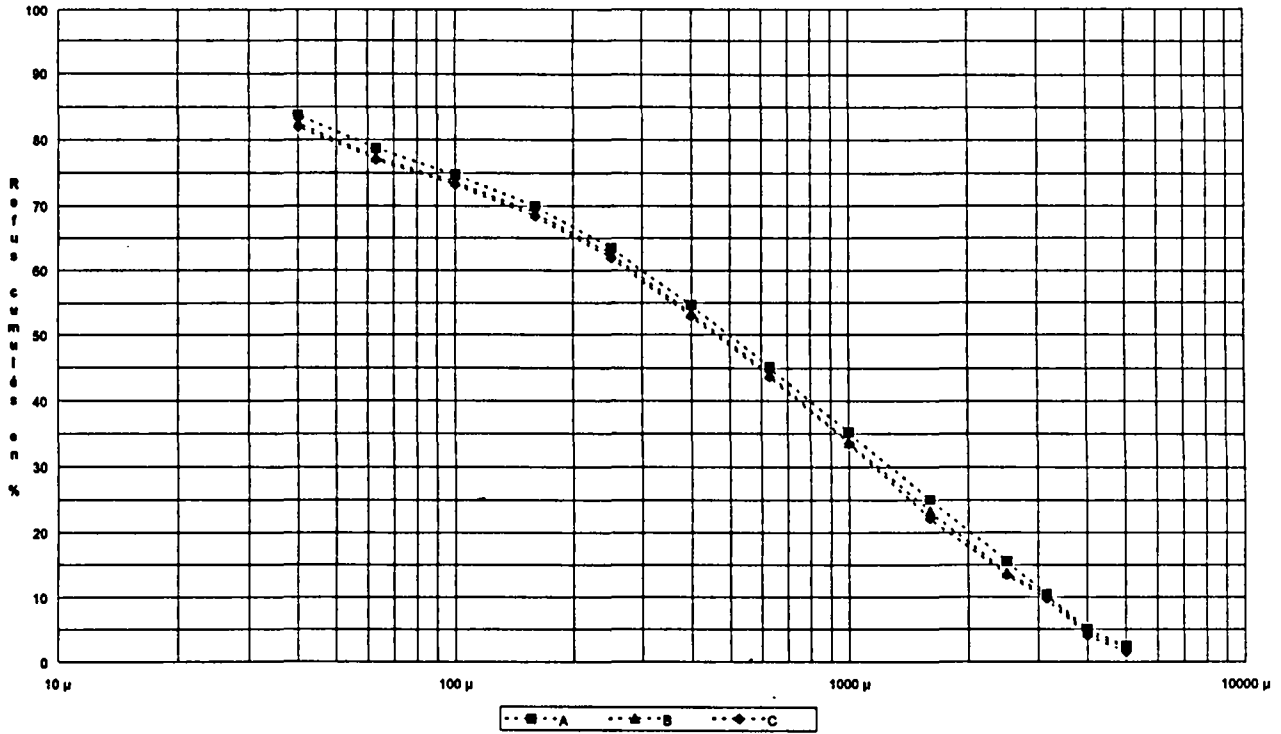


figure II-8: reproductibilité de la désagglomération en voie humide (Calcaire de Gaurain 260 Mpa).

Référence : Clinker de Trino en presse à rouleaux

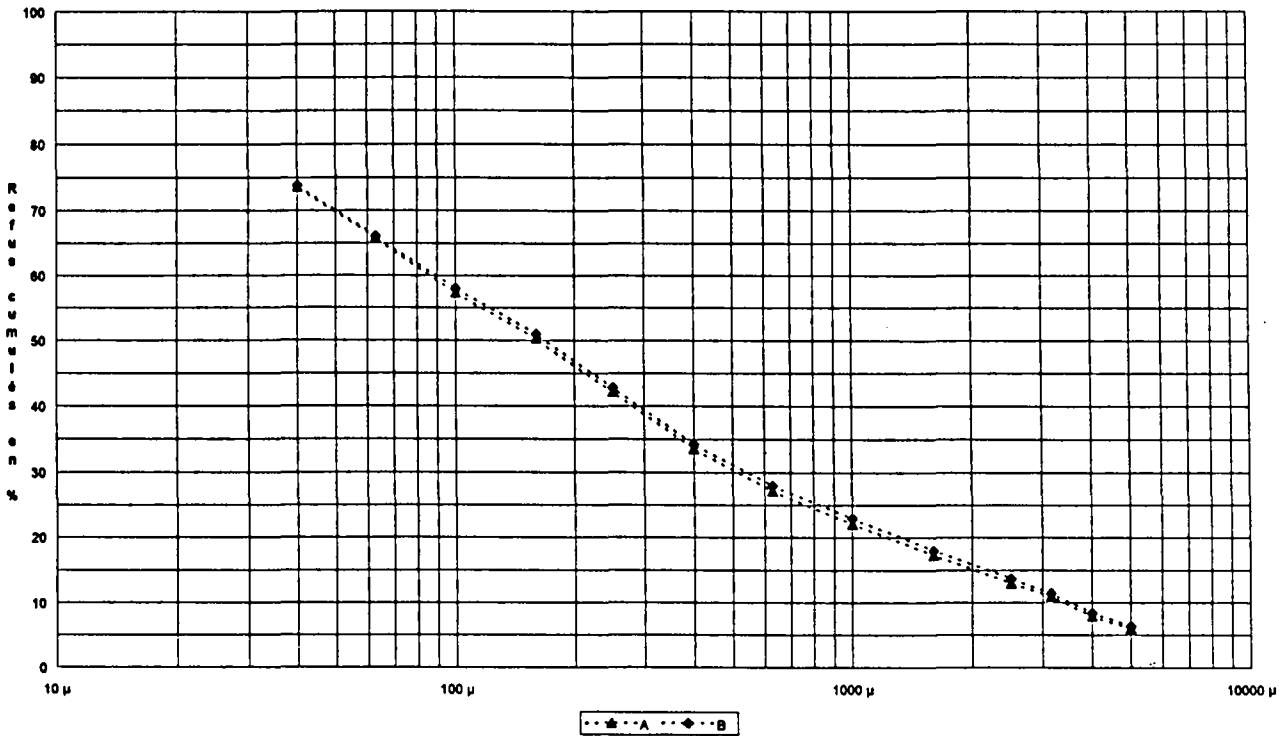


figure II-9: reproductibilité de la désagglomération en voie humide (Clinker de Trino 350 Mpa).

La seconde vérification concerne la reproductibilité de la méthode de désagglomération par turbulage. Elle a été effectuée à partir d'essais sur le clinker de l'usine de Cormeille, fortement comprimé dans une presse à rouleaux industrielle jusqu'à une pression maximale de 350 MPa. Les granulométries correspondantes, représentées sur la figure II-10 se superposent parfaitement. Un grand nombre d'essais réalisés dans notre presse de laboratoire ayant été doublé, nous aurions pu présenter d'autres vérifications de ce type, aux résultats aussi probants, pour la méthodologie de turbulage.

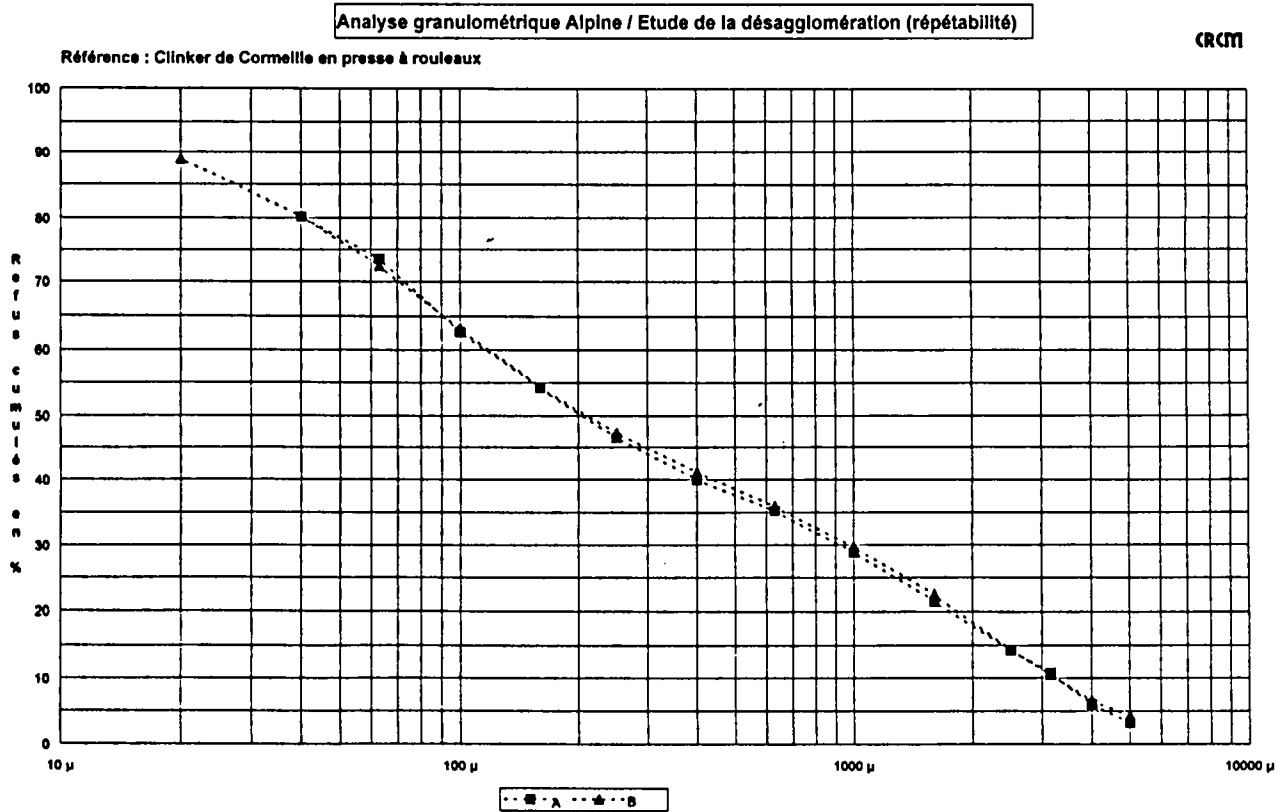


figure II-10: Etude de la désagglomération, reproductibilité de la méthode de turbulage.

II.7. Etude de la reproductibilité des essais

Nous venons de présenter l'étude de la reproductibilité de la méthode de désagglomération. D'une manière plus générale, il était nécessaire d'estimer dans quelle mesure les résultats associés à nos essais de compression sont représentatifs et si les phénomènes observés sont reproductibles.

En plus des erreurs associées à l'évaluation de la force et des déformations, nos mesures sont soumises à d'autres biais qui sont plus difficilement quantifiables comme :

- la représentativité des échantillons du fait des erreurs d'échantillonnage.
- l'arrangement des matériaux dans la cellule en début d'essai qui conditionne essentiellement la compacité initiale.
- la manière dont se répartissent les fragments dans le lit en cours d'essai, ce qui conditionne en particulier les compacités maximales que l'on peut atteindre à pression maximale imposée.
- les erreurs dues à la désagglomération et à l'analyse granulométrique.

L'évaluation a priori de ces erreurs étant difficile, nous opterons donc pour une approche plus globale qui consiste à comparer des résultats d'essais identiques. Nous comparerons les relations pression compacité, les apports énergétiques résultants et les granulométries générées.

II.7.1. Tests de reproductibilité de la courbe pression compacité

De nombreux essais de compression ont été doublés, mais nous ne présenterons que des séries pour lesquelles nous disposons d'au moins trois résultats obtenus dans des conditions expérimentales identiques. L'étude est menée sur trois séries d'échantillons. Dans un premier temps, nous abordons la reproductibilité des relations pression compacité.

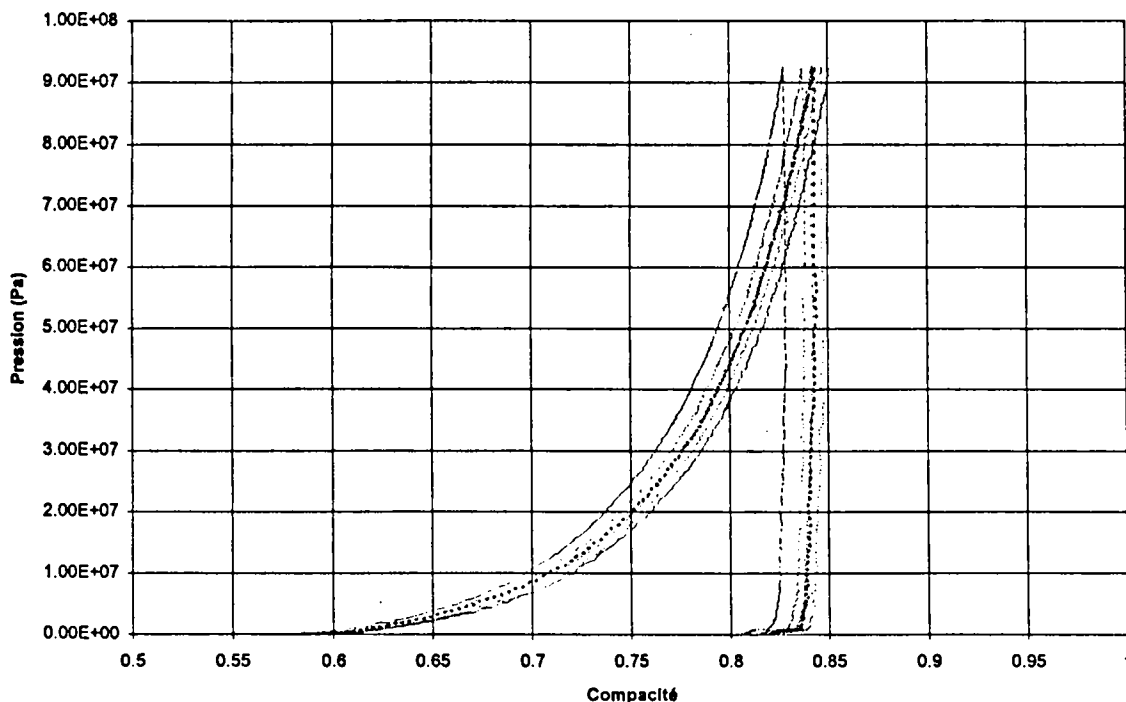


figure II-11: Reproductibilité des relations pression compacité (étendue granulaire 0-6300 μ m).

On donne sur la figure II-11 les relations pression compacité associées aux compressions sur l'étendue granulaire de base 0-6300 μ m de calcaire de Gaurain. Toutes les courbes disponibles dans ce cas n'ont pas été représentées sur ce graphe pour des raisons évidentes de clarté.

Les courbes se situent toutes dans un faisceau étroit que l'on peut définir à partir des compacités initiales et finales. La compacité initiale moyenne est de 0,59 l'écart type de 0,01. La compacité finale moyenne est de 0,83 pour un écart type plus important de 0,03 soit une valeur supérieure à celle obtenue pour la compacité initiale. Ces légères différences dans les relations pression compacité alors même que l'arrangement initial des grains est quasiment identique (même compacité initiale) ne se répercutent pas notablement sur les apports énergétiques. L'apport énergétique moyen est de 0,87 kWh/t pour un écart type de 0,02.

Dans le cas des essais tranches unitaires (une seule tranche granulométrique définie par deux tamis successifs), il est évident que les possibilités de pavage de l'espace ne sont pas les mêmes que dans le cas d'une large étendue granulaire. Nous avons donc aussi étudié la reproductibilité dans le cas des essais de compression sur des tranches. On donne sur la figure II-12 et la figure II-13 les relations pression compacité associées respectivement aux tranches 5000-6300 μ m et 500-630 μ m.

Il apparaît d'emblée que les courbes associées à la tranche 5000-6300 μ m présentent des différences importantes avec celle relevées dans le cas de l'étendue 0-6300 μ m. Ces différences se situent essentiellement dans les valeurs de la compacité initiale, la valeur moyenne étant dans ce cas de 0,52. La valeur moyenne de la compacité finale est de 0,83 soit une valeur du même ordre que dans le cas de l'étendue 0-6300 μ m. L'apport énergétique moyen est beaucoup plus élevée que dans le cas 0-6300 μ m. La valeur moyenne est ici de 1,37 kWh/t pour un écart type de 0,02.

Dans le cas de la tranche 500-630 μ m, la valeur moyenne de la compacité initiale est de 0,53 celle de la compacité finale est de 0,81. L'apport énergétique moyen est de 1,44 kWh/t. Soit globalement des valeurs du même ordre que celles obtenues dans le cas de la tranche 5000-6300 μ m et donc très différentes de celles obtenues dans le cas de l'étendue 0-6300 μ m.

Ces essais nous ont donc permis de mettre en évidence des différences importantes dans les relations pression compacité associées d'une part aux essais sur tranches unitaires et d'autre part aux essais sur des étendues granulaires plus larges. Ces différences dans les courbes pression compacité avec comme conséquence de fortes différences pour les apports énergétiques résultants constituent un point important qu'il conviendra d'explicitier.

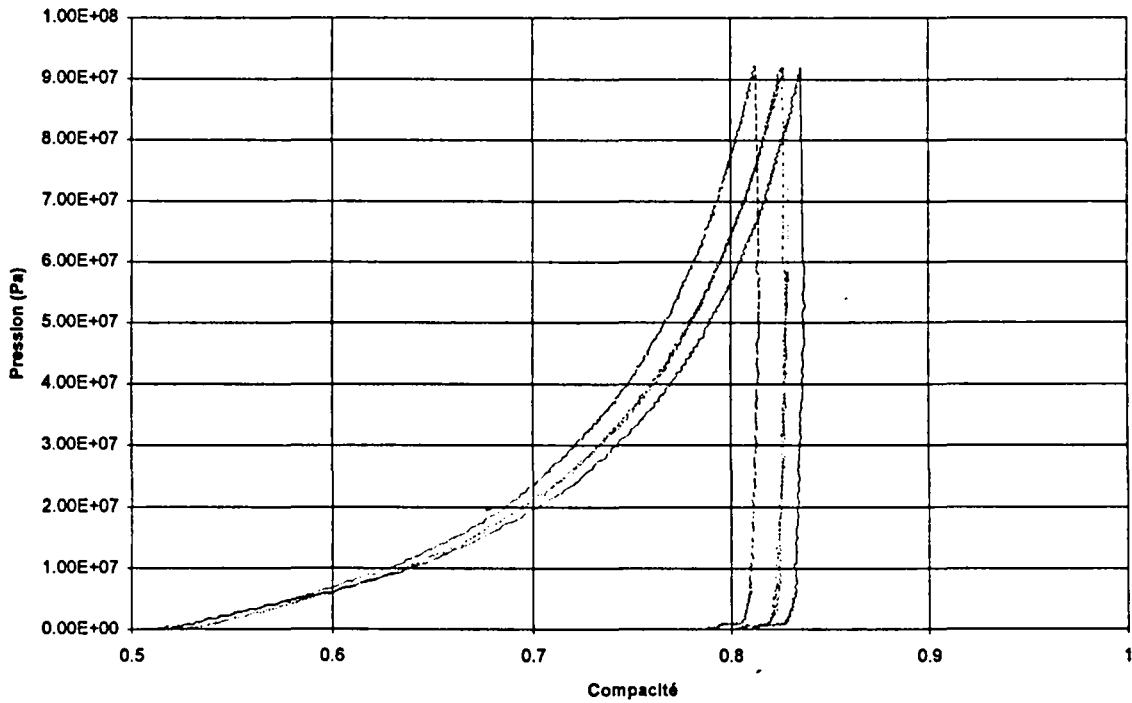


figure II-12: Test de reproductibilité des relations pression compacité. Cas des essais de compressions sur une tranche granulaire unitaire 5000-6300 µm.

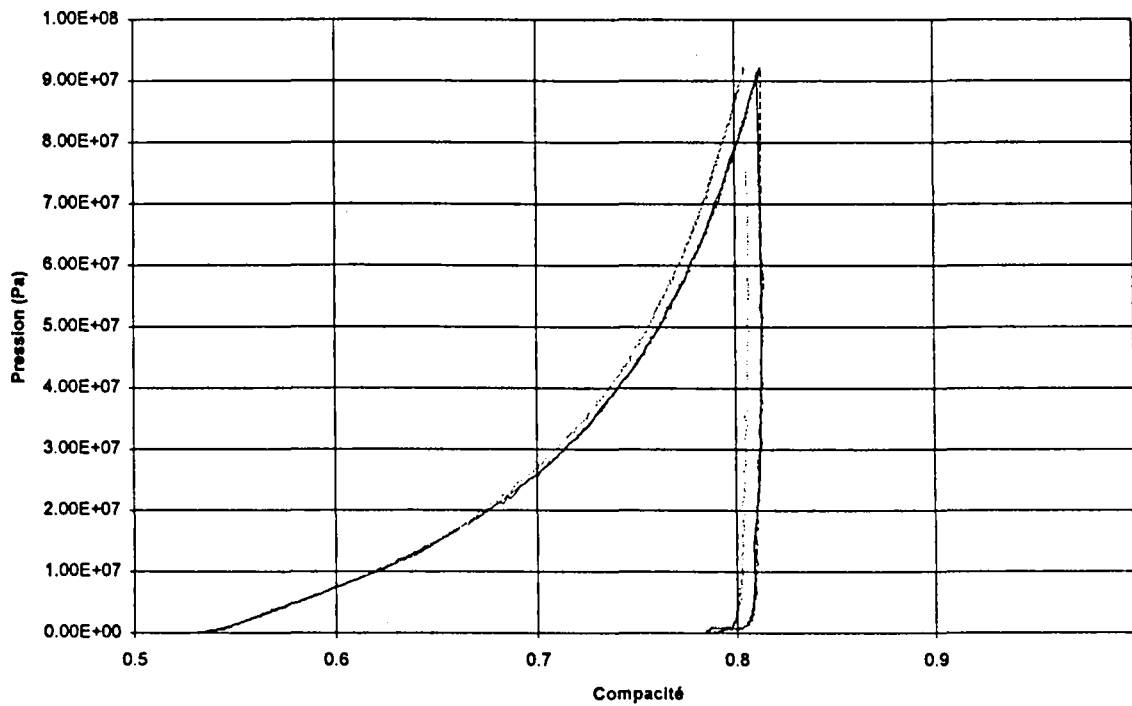


figure II-13: Test de reproductibilité des relations pression compacité. Cas des essais de compressions sur une tranche granulaire unitaire 500-630 µm.

II.7.2. Reproductibilité des granulométries générées

Un des principaux résultats des essais est la granulométrie du produit après compression. Il est donc nécessaire d'étudier les différences sur les granulométries générées. On présente sur la figure II-14, la figure II-15 et la figure II-16 les granulométries associées aux essais présentés ci dessus.

Dans chaque série d'essais, malgré les biais mis en évidence sur les relations pression compacité (compacités finales légèrement différentes), les granulométries générées sont identiques. L'erreur est de l'ordre de celle sur l'évaluation d'un refus à une maille lors du tamisage.

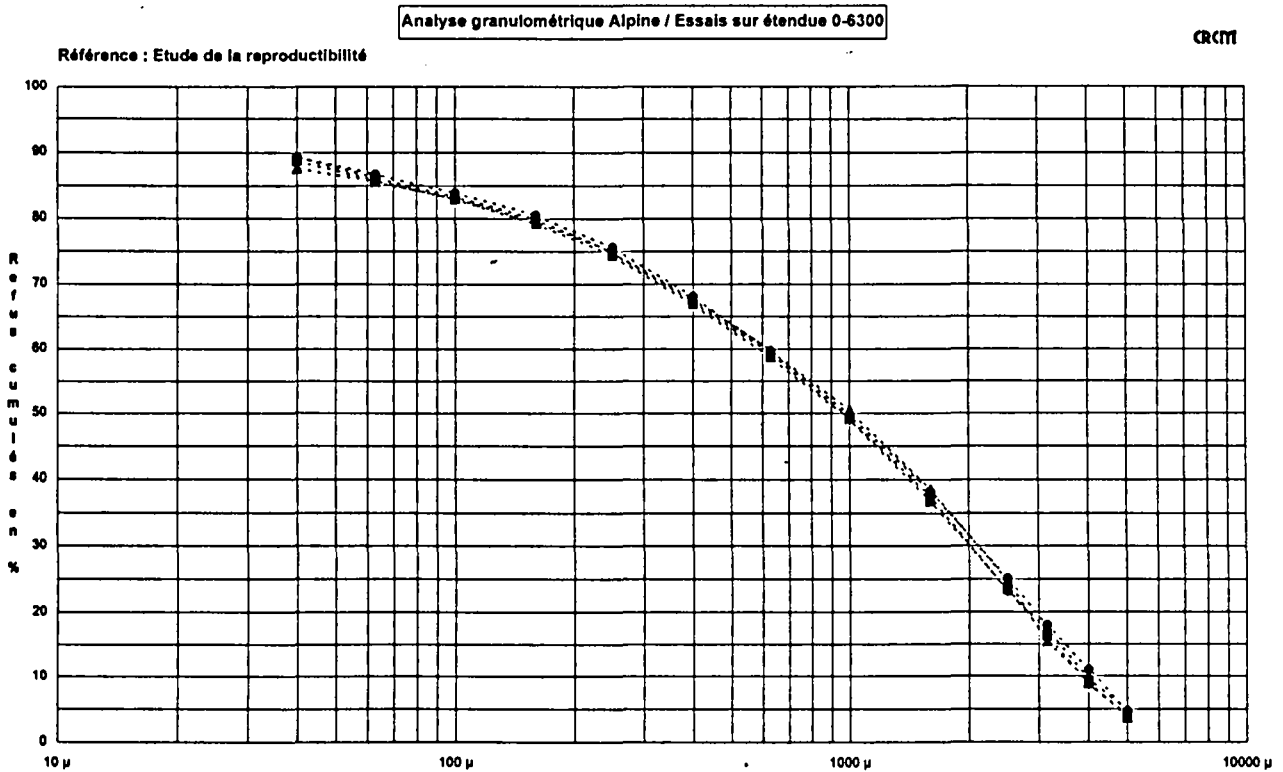


figure II-14: Reproductibilité des granulométries générées. Cas de l'étendue 0-6300µm.

Référence : Etude de la reproductibilité

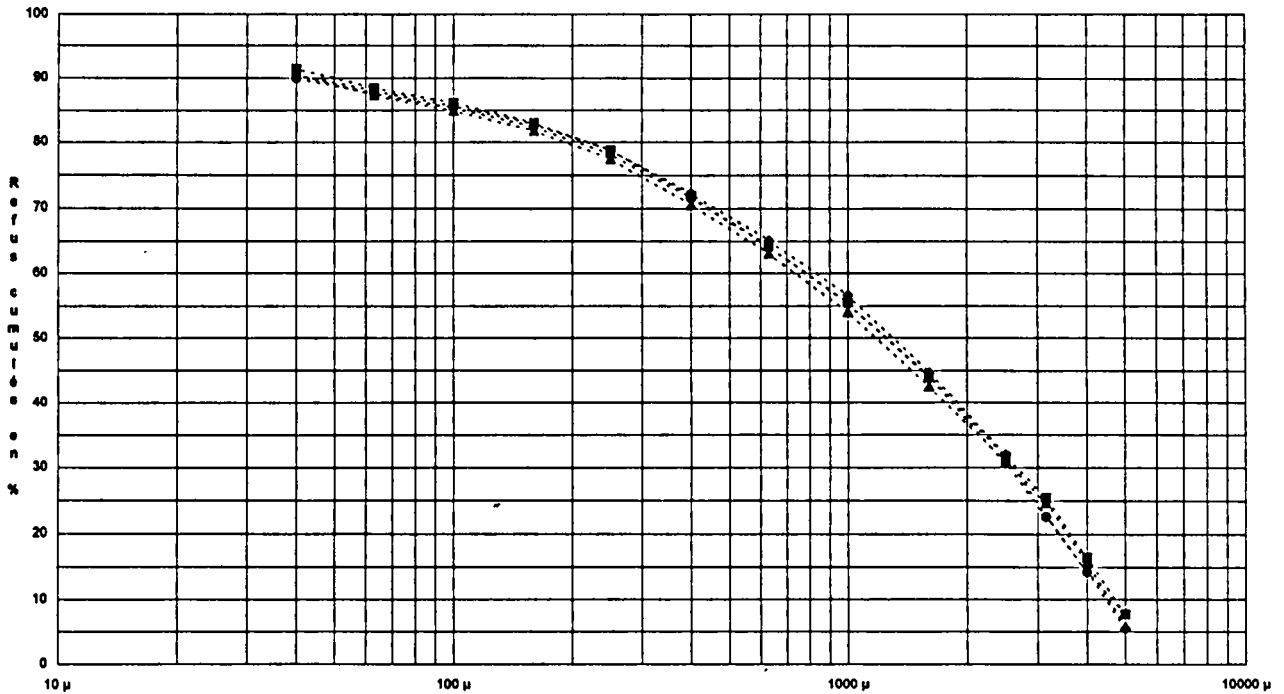


figure II-15: Reproductibilité des granulométries générées. Cas de la tranche 5000-6300μm.

Référence : Etude de la reproductibilité

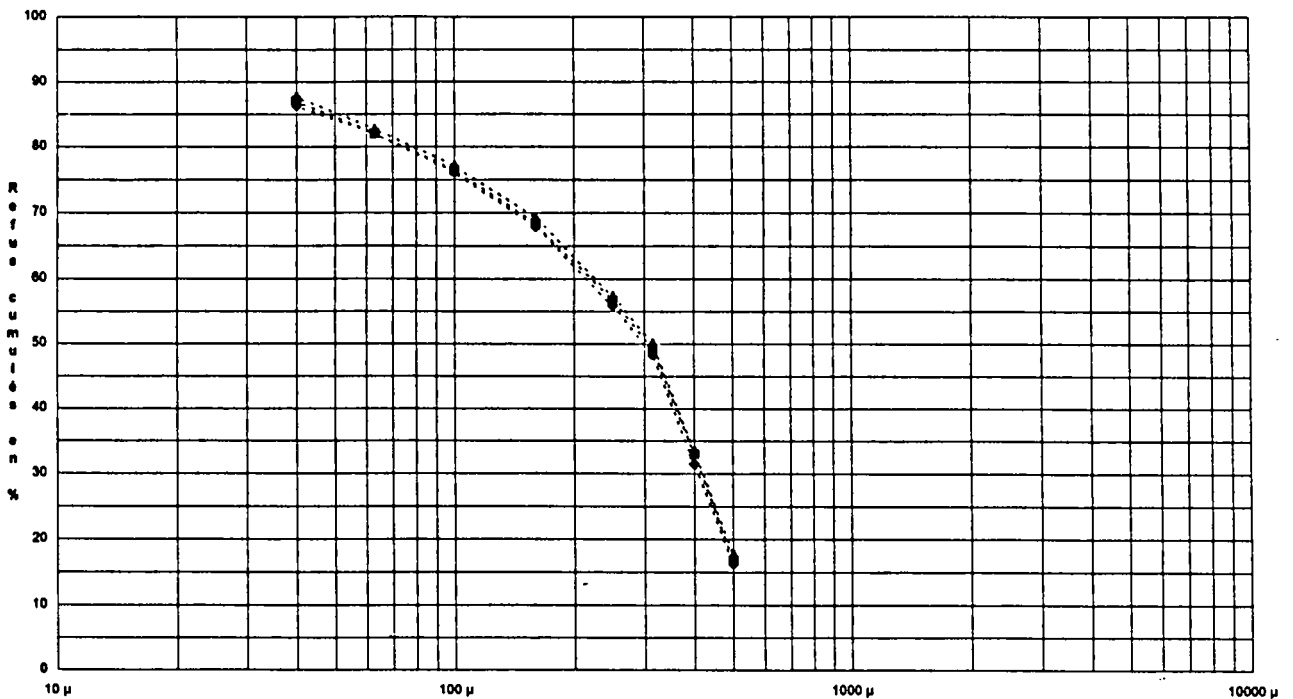


figure II-16: Reproductibilité des granulométries générées. Cas de la tranche 500-630 μm

II.8. Etude de l'effet du confinement

Dans un essai de type oedométrique le confinement modifie le champ de contraintes dans le lit de matériau et il convient de sélectionner des conditions géométriques pour les dimensions du lit et la taille maximale des particules de telle manière que l'effet de la géométrie puisse être négligé. Nous avons retenu les recommandations faites par Schönert (1994) dans son étude expérimentale de l'effet du confinement. Il préconise un lit de particules d'une hauteur de six fois la taille maximale des particules et d'un diamètre de trois fois la hauteur pour satisfaire aux conditions qu'il définit comme idéales (homogénéité du lit de particules, compression homogène, effet de bord négligeables sur l'action de broyage). Ses résultats montrent que c'est l'apport énergétique global qui régit principalement l'effet de réduction de taille. Les changements locaux de l'état de contraintes dans les différentes configurations testées n'ont que peu d'influence sur l'action de broyage. Il était nécessaire de vérifier ces assertions sur les conditions géométriques (dimension du lit et granulométrie maximale). Pour effectuer cette vérification, des compressions à même pressions maximales ont été réalisées sur des lits de différentes épaisseurs initiales. La taille maximale des grains de 6,3mm est telle que l'on puisse la considérer petite vis à vis du diamètre de la cellule de l'ordre de 100mm. C'est l'épaisseur initiale qui conditionne principalement l'effet de bord. En effet si cette hauteur initiale est trop importante, on peut s'attendre à obtenir un frottement latéral important. A l'opposé, si cette hauteur est trop faible, l'entrefer devient faible devant les dimension des particules et nous ne sommes plus dans les conditions d'un broyage interparticulaire en lit mais plus proche d'un broyage mono particulaire.

La vérification porte sur les deux points principaux que sont: la rhéologie du lit de particules qui est traduite par la relation pression compacité et les apport énergétiques résultants. Le second point concerne la réduction granulométrique. Les résultats de l'étude de l'évolution de la relation pression compacité avec la hauteur initiale du lit sont représentés sur la figure II-17.

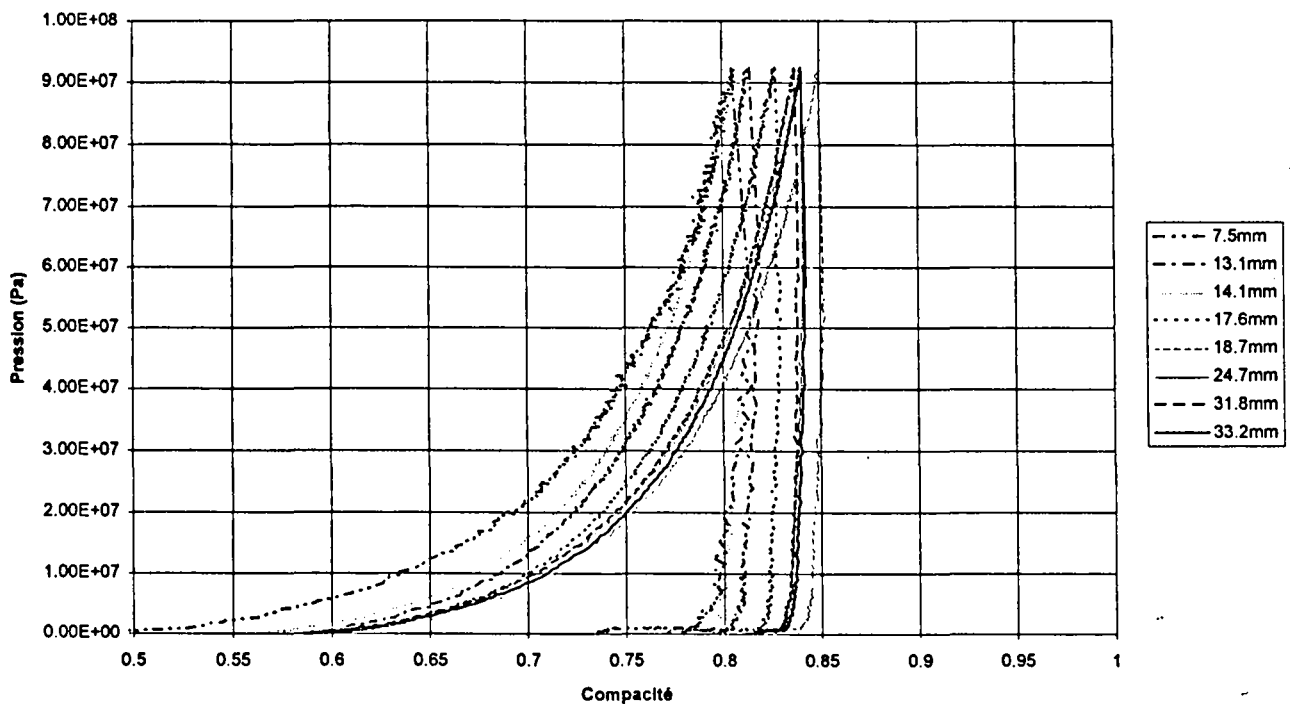


figure II-17: Evolution de la relation pression compacité avec la hauteur initiale du lit de particules.

A l'exception des relations pression compacité associées aux épaisseurs les plus faibles (de 7 à 14 mm), toutes les relations se situent dans un faisceau étroit identique à celui identifié lors de l'étude de la reproductibilité. Nous pouvons donc en conclure que pour les valeurs supérieures à 14mm, l'épaisseur initiale est sans influence sur la relation pression compacité. On donne sur la figure II-18 une représentation des apports énergétiques correspondants.

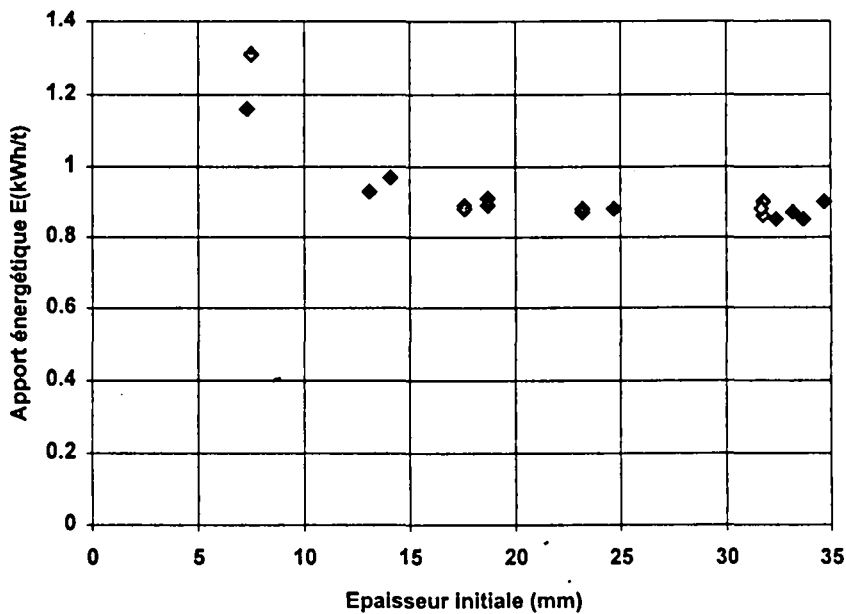


figure II-18: Apport énergétique à pression maximale imposée, en fonction de l'épaisseur initiale du lit de matériaux.

Nous retrouvons en terme d'apports énergétiques un résultat similaire à celui obtenu pour les relations pression compacité. Sur une large gamme, l'épaisseur initiale du lit de particules n'influence pas l'apport énergétique résultant de la compression. Par contre, pour les épaisseurs initiales les plus faibles, nous constatons une forte augmentation de l'apport énergétique (à pression maximale constante). L'entrefer moyen obtenu dans ce cas n'est que de 7,5 mm. En comparant cette valeur à la taille maximale des grains qui est de 6,3 mm, nous concluons que nous ne sommes plus dans le cas d'un broyage interparticulaire en lit de matériaux, mais dans une configuration que l'on peut qualifier de quasi monogranulaire.

Dans ce cas quasi monogranulaire, l'épaisseur initiale du lit est dictée par la taille des plus grosses particules et non plus par les arrangements inter granulaires comme c'est le cas dans le broyage en lit. Il subsiste de nombreux vides inter granulaires que traduisent les faibles compacités initiales obtenues dans ce cas. Ces vides favorisent des déplacements importants du piston à l'origine des apports énergétiques plus importants (travail plus important de la force de broyage).

Nous remarquons aussi une différence importante entre les deux apports énergétiques obtenus dans le cas de l'épaisseur la plus faible. Nous imputons cette différence à la forte dépendance du comportement rhéologique du lit vis à vis de l'arrangement et de l'orientation des grains dans ce cas quasi monogranulaire.

Dans les problèmes relatifs au broyage par compression, nous avons souligné la complémentarité entre le comportement rhéologique la réduction granulométrique. Il convient d'étudier ce point dans la justification des choix des conditions géométriques. On donne sur la figure II-19 les granulométries correspondant aux épaisseurs initiales les plus faibles.

Référence : Etude paramétrée épaisseur initiale

Analyse granulométrique Alpine / Epaisseurs les plus petites

CRCM

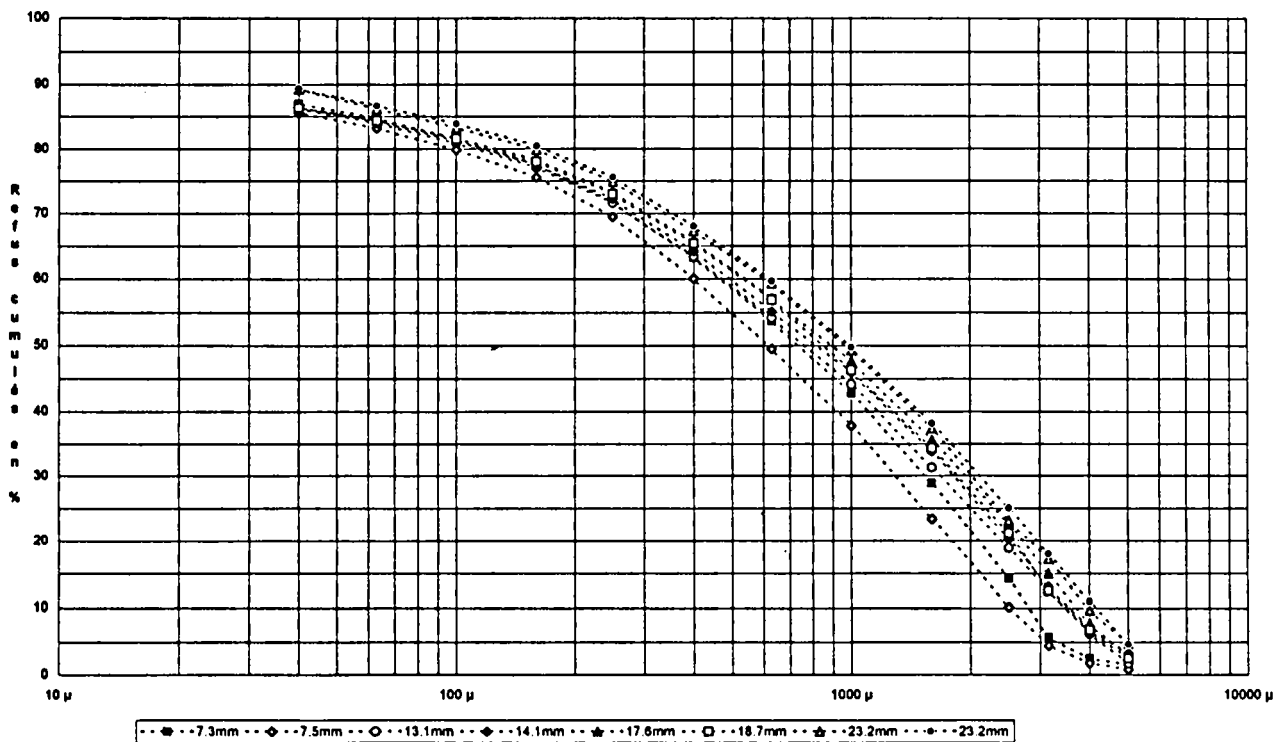


figure II-19: Granulométries générées à pression maximale imposée, en fonction de l'épaisseur initiale du lit de matériau.

A pression maximale imposée, nous notons une augmentation de la finesse des produits avec la diminution de l'épaisseur initiale. Cette évolution est à comparer aux apports énergétiques. Sur toute la gamme des épaisseur initiales nous avons enregistré des apports énergétiques constant (excepté dans le cas des épaisseur initiales les plus faibles). En d'autres termes, il semble y avoir une augmentation de l'efficacité de broyage à mesure que l'épaisseur initiale diminue (plus grande finesse pour un même apport énergétique). Ceci peut s'expliquer par le fait qu'on se situe à la transition entre le broyage en lit et le broyage monogranulaire dont nous avons rappelé dans le chapitre consacré à la bibliographie que l'efficacité était supérieure à celle du broyage en lit.

Sur les analyses granulométriques correspondant aux épaisseurs initiales les plus grandes (représentées sur la figure II-20), il n'apparaît plus de différences significatives. Nous pouvons considérer que dans cette gamme l'épaisseur initiale est sans influence sur la réduction granulométrique.

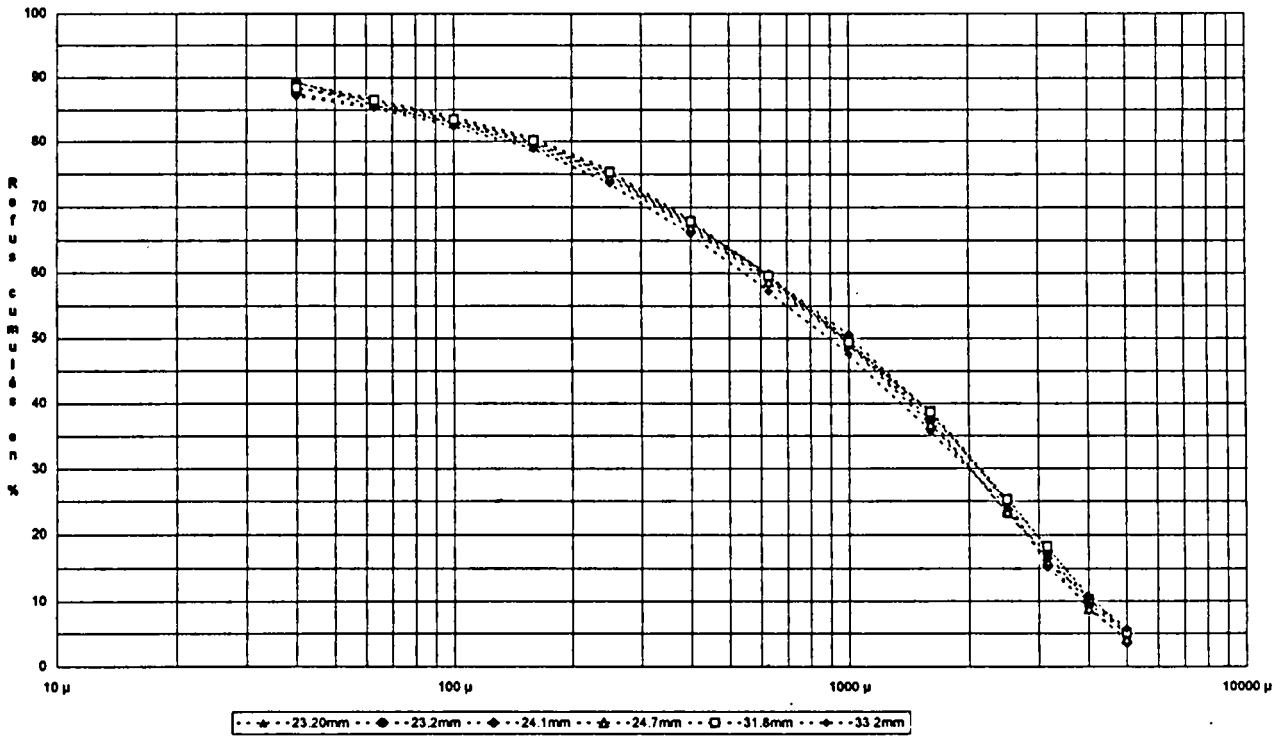


figure II-20: Granulométries générées à pression maximale imposée en fonction de l'épaisseur initiale du lit de matériaux.

II.9. Conclusions

Dans ce chapitre nous avons présenté la méthodologie expérimentale mise en oeuvre pour simuler en laboratoire les sollicitations rencontrées dans les broyeurs industriels basés sur le principe du broyage par compression. L'étude montre que lors de la compression, c'est l'apport énergétique global qui conditionne principalement la réduction granulométrique. En outre, les sollicitations sont quasiment de type compression simple. Pour simuler ce processus de broyage, nous avons retenu un essai de type oedométrique mais adapté aux fortes sollicitations. Le dispositif ainsi mis en oeuvre nous permet non seulement d'étudier l'évolution de la granulométrie, mais aussi le comportement rhéologique du matériau lors du broyage par compression. La rhéologie du matériau est caractérisée par la relation entre la pression et la compacité au cours de la compression, l'apport énergétique résultant de la compression étant calculé à partir de cette relation.

La nécessité d'avoir un produit pulvérulent pour l'évaluation de la granulométrie des produits comprimés nous a conduit à mettre en place une méthodologie de désagglomération. Le but recherché est de séparer les agrégats en particules élémentaires en limitant autant que possible toute nouvelle action de broyage. La méthodologie retenue consiste à utiliser un mélangeur de laboratoire « Turbula » avec une faible charge en corps broyants constituée de boulets de corindon. Les essais réalisés sur différents matériaux très fortement agglomérés dans des presses à rouleaux industrielles ou dans notre presse de laboratoire, indiquent une désagglomération progressive avec le temps de turbulage et avec le nombre de boulets utilisé. Pour vérifier la validité de la méthode de turbulage, et justifier du choix d'un temps et d'un nombre de boulets, nous avons été amené à mettre en place

une seconde méthodologie en voie humide beaucoup plus lourde. Les résultats de la comparaison entre les deux méthodes (turbulage et voie humide) montrent non seulement la validité de la méthode de turbulage, mais permettent aussi de justifier le choix d'un temps de turbulage de 10 mn comme un bon compromis. Le nombre de boulets est fixé à deux, un nombre inférieur générant des produits non parfaitement désagglomérés, les nombres supérieurs donnant des résultats similaires aux longs temps de turbulage, dont nous avons montré qu'ils s'écartaient du cas humide.

Le point suivant concerne l'évaluation des erreurs et la reproductibilité des essais. L'étude montre qu'en plus des erreurs associées à l'évaluation de la force et des déformations, nos mesures sont entachées d'autres biais plus difficilement quantifiables et dont l'évaluation à priori est difficile. Ainsi nous avons pris le parti d'utiliser une approche plus globale qui consiste à comparer des résultats d'essais identiques. Dans tous les cas, les courbes pression compacité se situent dans un faisceau étroit. Il apparaît que les compacités finales présentent systématiquement un écart type plus important que celui obtenu pour les compacités initiales. Nous montrons que ces légères différences dans les compacités finales, sont sans influence sur les apports énergétiques et les granulométries générées.

Ces essais ont permis de mettre en évidence des différences importantes entre les relations pression compacité associées d'une part aux essais sur tranches unitaires et d'autre part sur des étendues granulaires plus larges. Les différences se situent essentiellement dans les valeurs de la compacité initiale (arrangement initial des grains), les valeurs de la compacité finale étant toutes du même ordre. Les différences se traduisent essentiellement par des apports énergétiques à pression maximale constante beaucoup plus importants dans le cas des tranches unitaires. Nous montrons ainsi que le comportement rhéologique des tranches n'est pas identique à celui des étendues granulaires plus larges. Ceci constitue le principal résultat de ce chapitre et motive une étude plus détaillée de l'influence de la granulométrie que nous présenterons dans la suite de ce travail.

III. Chapitre 3: Essais sur tranches.

III.1. Introduction

L'approche de la modélisation du broyage par compression choisie, consiste à suivre l'évolution de la quantité de matériaux dans chaque tranche granulométrique au cours du broyage. La formulation de l'équilibre massique pour chaque tranche est basée sur les deux concepts phénoménologiques suivants:

- la cinétique de disparition, couramment exprimée sous la forme d'une fonction dite de sélection (S). Elle traduit la vitesse de disparition des particules d'une tranche.
- la cinétique d'apparition, sous la forme d'une fonction de broyage (B). Elle traduit l'apparition des particules dans une tranche lors du broyage des particules d'une tranche de granulométrie plus grossière.

Dans le cas des broyeurs réservoir, l'identification de ces deux fonctions impose la réalisation d'essais en batch sur différentes tranches granulométriques et pour différents apports énergétiques. Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des essais de compressions qui doivent permettre de transposer la méthode existante au cas du broyage par compression.

III.2. Méthodologie expérimentale.

Nous avons montré dans le chapitre consacré à la bibliographie comment les fonctions S et B pouvaient être identifiées dans le cas des broyeurs de type réservoirs. La méthode consiste à broyer une tranche granulométrique seule en mode batch (c'est à dire sans apport de matériau au cours du broyage). On mesure la disparition des particules de la tranche testée en fonction du temps de broyage. Ces mesures permettent en outre de conclure sur la validité de l'hypothèse de premier ordre. Dans ce cas, la pente de la droite traduisant l'évolution des refus en fonction du temps permet le calcul de la valeur de la fonction de sélection associée à la tranche testée.

III.2.1. Transposition au cas du broyage par compression

Dans les broyeurs réservoirs, l'action de broyage globale est constituée d'une multitude d'actions de broyage élémentaires distribuées en intensité, dans l'espace et dans le temps (aspect statistique du broyage). Ces action élémentaires peuvent être :

- des chocs entre des boulets dans le cas du broyeur à boulets
- des compressions entre des billes et une piste dans le cas du broyeur Hardgrove
- des compressions entre des galets et une piste dans le cas des broyeurs verticaux.

La mesure de la réduction granulométrique globale réalisée dans le broyeur s'effectue pour un temps de séjour et des conditions de fonctionnement données (vitesse de rotation du broyeur, diamètre des boulets, etc.). L'apport énergétique considéré est celui fourni au broyeur, auquel on soustrait les pertes mécaniques dues en particulier à la chaîne cinématique et aux frottements.

Dans le cas des presses à rouleaux, la réduction granulométrique s'effectue en une seule compression de grande intensité par le biais de la compression déterministe continue d'un lit de matériaux entre les rouleaux. C'est la force appliquée sur ces rouleaux qui conditionne principalement l'apport énergétique en un passage dans le broyeur et non pas la durée du séjour dans le broyeur comme c'est le cas pour les broyeurs réservoirs.

Notons en aparté qu'on peut définir un temps de séjour dans le cas des presse à rouleaux, mais cette notion n'a pas la même signification que dans le cas des broyeurs réservoir. Dans le cas des presses à rouleaux l'effet principal de la diminution du temps de séjour (augmentation de la vitesse de rotation des rouleaux) consiste essentiellement en une instabilité dans le fonctionnement de l'appareil. La vitesse périphérique des rouleaux devient telle que la gravité ne suffit plus à accélérer suffisamment les matériaux pour assurer une alimentation correcte, cause d'un comportement vibratoire important. Pour expliquer ces instabilités, certains auteurs avancent aussi un phénomène de fluidisation du lit de matériau à l'alimentation du fait de l'air qui s'échappe de la zone de compression (Scmitz et al., 1992). En effet la déformation volumique correspondant à l'évolution de la compacité au cours de la compression génère un flux gazeux qui s'échappe par le chemin de moindre perte de charge. C'est à dire qui remonte à contre courant des matériaux vers l'alimentation en fluidisant le lit de matériau.

Lors du broyage par compression pur (cas des presses à rouleaux), c'est la force appliquée sur le lit de matériau qui conditionne essentiellement la réduction granulométrique. Par analogie, l'augmentation de l'apport énergétique dans nos essais de compression se fera par augmentation de la pression maximale. Des compressions à différentes pressions maximales seront réalisées sur différentes tranches granulométriques.

III.2.2. Réalisation et choix des tranches granulométriques.

Cette série d'essais nécessite le choix et la réalisation de tranches granulométriques. Les tranches, définies comme la fraction de produit comprise entre deux tamis successifs d'une série, ont été réalisées par tamisage sur une série de tamis normalisée AFNOR. La raison de cette série, $\sqrt[10]{10} = 1,26$, la rend compatible avec les recommandations de Austin et al. (1984). Il préconise l'utilisation de séries dont la raison doit être comprise entre $\sqrt[4]{2} = 1,19$ et $\sqrt{2} = 1,41$.

Nous avons retenu les tranches suivantes:

- 80-100 μm
- 250-315 μm
- 500-630 μm
- 800-1000 μm
- 1250-1600 μm
- 2500-3150 μm
- 5000-6300 μm

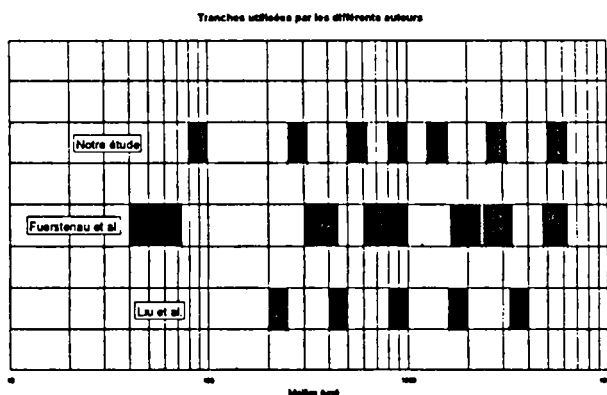


figure III-1: Répartition des tranches granulométriques.

Le nombre des tranches retenues et leur répartition doivent être tels que l'étendue de base 0-6300 μm soit uniformément couverte. Austin et al. (1984) préconise dans le cas des broyeurs à boulets des essais sur trois ou quatre tranches, ce qui à priori semble peu dans le cadre d'une nouvelle étude. Un nombre de tranches si faible permet-il l'exploration de toute l'étendue granulaire ? A l'inverse un nombre trop grand multiplierait inutilement les essais. Nous avons retenu sept tranches dont on donne une représentation de la répartition et du domaine couvert sur la figure III-1. A titre indicatif nous rappelons sur cette figure les tranches testées par Fuerstenau et al. (1994) et Liu et al. (1994).

Pour réaliser les tranches, rappelons qu'une quantité importante de calcaire de Gaurain a été réduite à une granulométrie maximale de $6300\mu\text{m}$ par concassage. L'analyse de la granulométrie des produits concassés a montré que la quantité de fines générée ne permettrait pas la réalisation d'un nombre suffisant d'échantillons de tranches fines. Pour générer ces fines, des lots de matériau concassé ont été broyés dans un broyeur à boulets de laboratoire (diamètre 600mm) pour des temps de broyage courts (broyage ménagé). Les différents lots ainsi broyés ont été homogénéisés en un seul. Les tranches ont été réalisées à partir de ce lot par tamisage sur des tamis de grandes dimensions.

Il est évident que pour le but principal que nous nous sommes fixés pour ces essais, à savoir l'étude de la disparition des particules d'une tranche à la suite d'une compression la granulométrie des constituants de la tranche doit être parfaitement définie. En effet la présence de particules dont la taille réelle serait inférieure à la borne inférieure de la tranche fausserait l'estimation du pourcentage des matériaux quittant la tranche après compression. De manière à obtenir cette acuité dans les mailles de coupures, la réalisation des tranches de granulométrie inférieure à $800\mu\text{m}$ a été parachevée par un tamisage à dépression d'air, similaire à celui utilisé pour l'analyse granulométrique. La procédure mécanisée ainsi définie permet de s'affranchir des biais inhérents à l'opérateur si les tranches sont réalisées par tamisage manuel. Elle permet en outre d'obtenir des tranches propres (au sens de la présence des fines adhérant aux particules plus grossières). De manière à assurer la représentativité de chaque échantillon, la totalité des matériaux recueillis dans chaque tranche a été homogénéisée puis séparée en échantillons élémentaires dans un diviseur à couloirs.

La qualité de la coupure granulométrique nécessaire aux bornes des tranches et les problèmes de tamisage inhérents aux particules très fines nécessitent l'utilisation d'une méthodologie adaptée pour la tranche $80\text{-}100\mu\text{m}$. Pour réaliser cette tranche, nous avons donc utilisé la même tamiseuse et les mêmes tamis que ceux utilisés pour l'analyse granulométrique des produits (contrairement aux autres tranches réalisées avec des tamis de plus grandes tailles). La très faible quantité de particules générée dans cette tranche ne nous a permis que la réalisation d'un seul échantillon de $80\text{-}100\mu\text{m}$.

Dans la suite de l'étude, nous nous référerons souvent à une grandeur unique pour caractériser une tranche granulométrique complète. Or cette tranche, bien qu'elle soit bornée par deux tamis consécutifs, n'en constitue pas moins une étendue granulaire. Nous aurions pu choisir de quantifier la granulométrie de la tranche par une interpolation classique, par exemple le d_{50} de la tranche, interpolé suivant une loi traduisant les distributions granulométriques (par exemple Rosin Rammler). Mais on ferait alors l'hypothèse de la validité de cette loi sur l'étendue composant la tranche, sans toutefois pouvoir en vérifier le bien fondé. Nous avons plutôt choisi pour se référer à la granulométrie d'une tranche de considérer la maille du tamis constituant la borne inférieure de cette tranche.

III.3. Expression de la fraction broyée

Dans le paragraphe qui suit nous présentons une modélisation de la cinétique de disparition. Cette fonction, appelée « fraction broyée », exprime la fraction de matériau ayant quitté une tranche à la suite d'une compression. C'est sous la forme des paramètres de cette modélisation que nous synthétiserons les résultats. Ceci nous permettra par la suite d'effectuer des comparaisons avec d'autres résultats publiés dans la littérature que nous rappelons.

III.3.1. Formulation de la fraction broyée

La distribution des discontinuités initialement présentes au sein du matériau, à la base de l'amorçage de la rupture, varie fortement d'une particule à l'autre. Comme le montre Vallet [REF], des particules d'un même matériau et apparemment identiques présentent une large gamme de résistances. Le problème de la probabilité de rupture d'une particule a été traité de manière théorique par Weichert (1988, 1991 & 1992) qui, à partir de l'approche statistique de Weibull (1939, 1951), propose une formulation de la probabilité de broyage d'une particule sphérique de diamètre x , en fonction de l'apport énergétique sous la forme:

$$P = 1 - \exp(-cx^2W_m^z k^{1-z})$$

Ou c et z sont des paramètres spécifiques du matériau, W_m est l'énergie spécifique dépensée. Enfin k traduit le nombre de contacts sur la particule, $k=1$ dans le cas d'un impact, $k=2$ dans le cas de la compression entre deux plateaux. Cette théorie, à l'origine développée pour des particules sphériques, donne en fait de très bonnes approximations dans le cas des particules de formes irrégulières. Schönert et al. (1990a) étend cette théorie au cas de la compression d'un lit de particules et propose pour exprimer la fraction P de particules quittant une tranche à la suite d'une compression, la formulation suivante :

$$\frac{P}{P_\infty} = 1 - \exp\left(-\left(E_m/E_{mc}\right)^\beta\right)$$

Avec :

- P_∞ (ou P_{inf}) la valeur limite de la fraction broyée, fonction du matériau et de la granulométrie des particules.
- E_{mc} homogène à une énergie, peut être assimilée à une mesure de la broyabilité du matériau.
- β , paramètre fonction de la distribution locale des contraintes causées par la forme des particules et la structure du lit.

Les différents paramètres et leur évolution sont identifiés à partir d'essais de compression sur différentes tranches et pour différents apports énergétiques.

III.3.2. Résultats de la littérature

Il n'existe à notre connaissance que peu de résultats relatifs aux essais de compression tranches. Fuerstenau et al. (1994) présente une étude complète réalisée sur deux matériaux, un calcaire et un quartzite, l'étude est menée avec six tranches différentes de chacun de ces matériaux. Si les résultats mettent en évidence une évolution de la broyabilité avec la granulométrie, aucune indication n'est en revanche donnée sur l'évolution des refus dans la tranche initiale en fonction de l'apport énergétique et la présentation des résultats ne permet pas de les estimer.

Les résultats les plus significatifs sont issus des travaux de l'équipe du professeur Schönert. Dans un premier temps, nous rapportons les résultats des essais de compressions réalisés par Schönert & Müller (1990a). Les compressions ont été réalisées dans une presse de laboratoire similaire à la nôtre. La géométrie du lit de particules, cylindrique, est telle qu'on puisse négliger les effets de bord. Le matériau testé est un quartz, les tranches testées sont : 100-125 μm , 200-250 μm , 400-500 μm , 800-1000 μm et 1600-2000 μm . Après application du chargement, les matériaux sont désagglomérés manuellement à l'aide d'un maillet en caoutchouc avant que l'analyse granulométrique ne soit effectuée.

Les résultats (figure III-2) sont présentés sous la forme de l'évolution des paramètres (β , P_{inf} , E_{mc}) de la modélisation présentée au début de ce chapitre. L'étude de l'évolution de ces paramètres amène les commentaires suivants : les valeurs du paramètre P_{inf} , la limite de la fraction broyée, paraissent faibles pour les tranches les plus fines. Conformément à ce qu'il est naturel d'imaginer, le paramètre E_{mc} qui se rapporte à la résistance des particules décroît avec l'augmentation de taille des particules. La valeur de E_{mc} n'est pas donnée pour la tranche 100-125 μm !

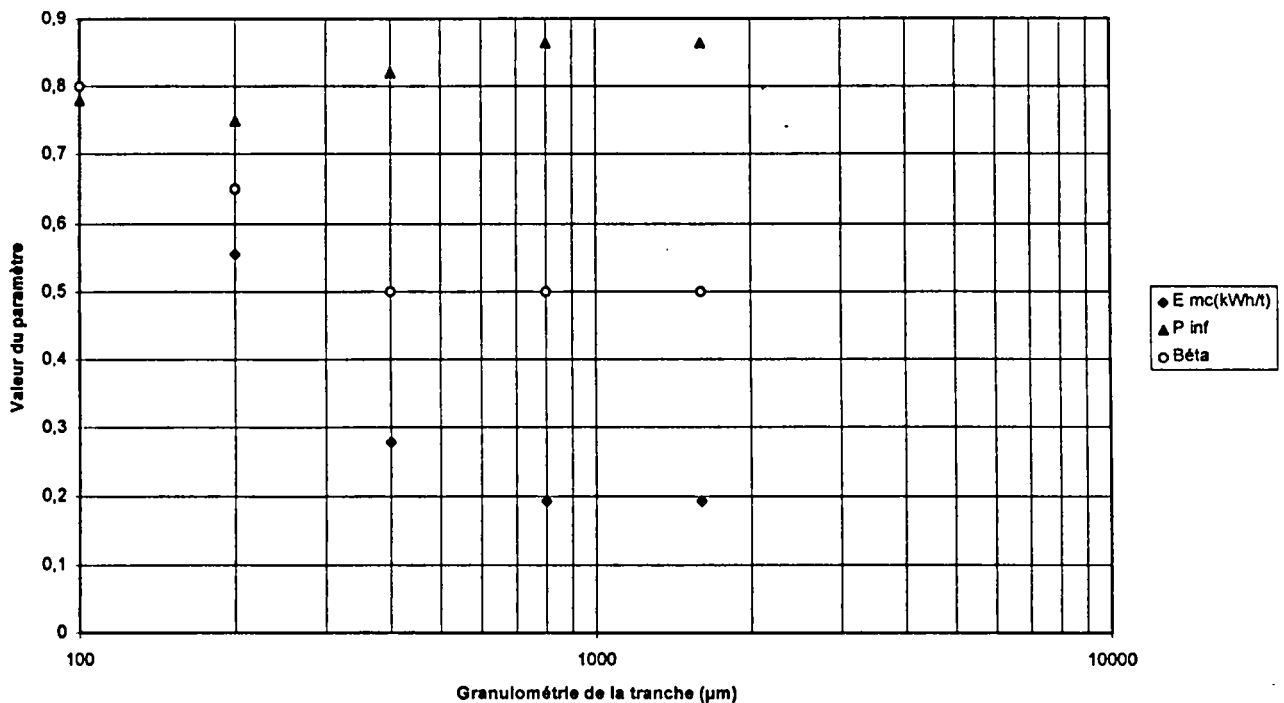


figure III-2: Evolution des paramètres en fonction de la granulométrie de la tranche

(Schönert & Müller, 1990a)

L'évolution des refus dans la tranche initiale est donnée pour les tranches 1600-2000 μm et 100-125 μm (figure III-3). Nous avons ajouté dans ce graphe l'évolution théorique des refus recalculée à partir des paramètres donnés ci dessus. Nous constaterons que l'approximation des résultats expérimentaux (extrait des articles des auteurs) est assez grossière.

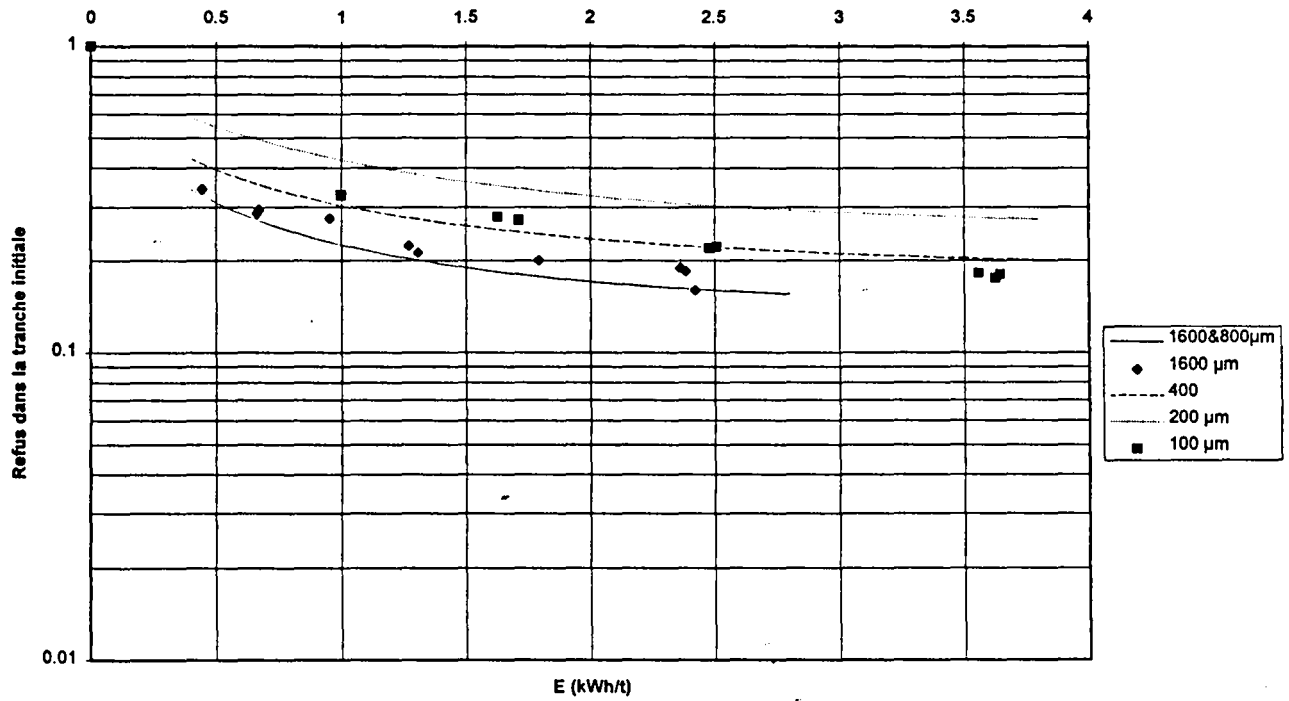


figure III-3: Evolution des refus dans la tranche initiale (Schönert & Müller 1990a)

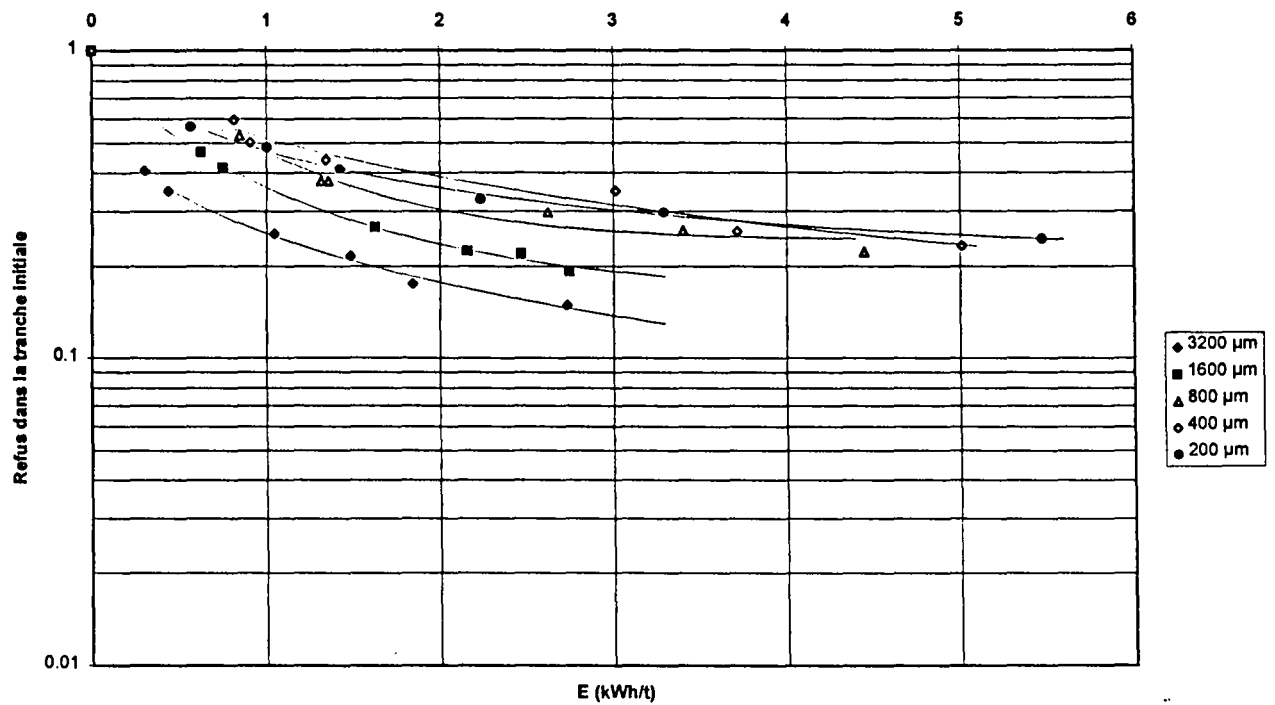


figure III-4: Evolution des refus dans la tranche initiale (Liu et al., 1994)

Les autres résultats sont issus des travaux de Liu et al. (1994). Le matériau testé est un quartz, les tranches retenues sont : 200-250 μm , 400-500 μm , 800-1000 μm , 1600-2000 μm et 3200-4000 μm . La méthode de désagglomération utilisée n'est pas précisée, l'évaluation de la granulométrie des produits est effectuée par tamisage. Les résultats sont présentés en terme d'évolution des refus dans la tranche initiale (figure III-4) et d'évolution des paramètres β , P_{inf} et E_{mc} (figure III-5) pour lesquels les auteurs proposent une évolution théorique aussi reportée dans ce graphe.

Comme dans les résultats de Schönert & Müller (1990a), nous constatons une diminution progressive des refus dans chaque tranche avec l'augmentation de l'apport énergétique. La comparaison des résultats permet de conclure que les quartz utilisés par les deux auteurs sont différents, celui utilisé par Liu et al. (1994) étant plus dur que celui utilisé par Schönert & Müller (refus moindres à apport énergétique constant).

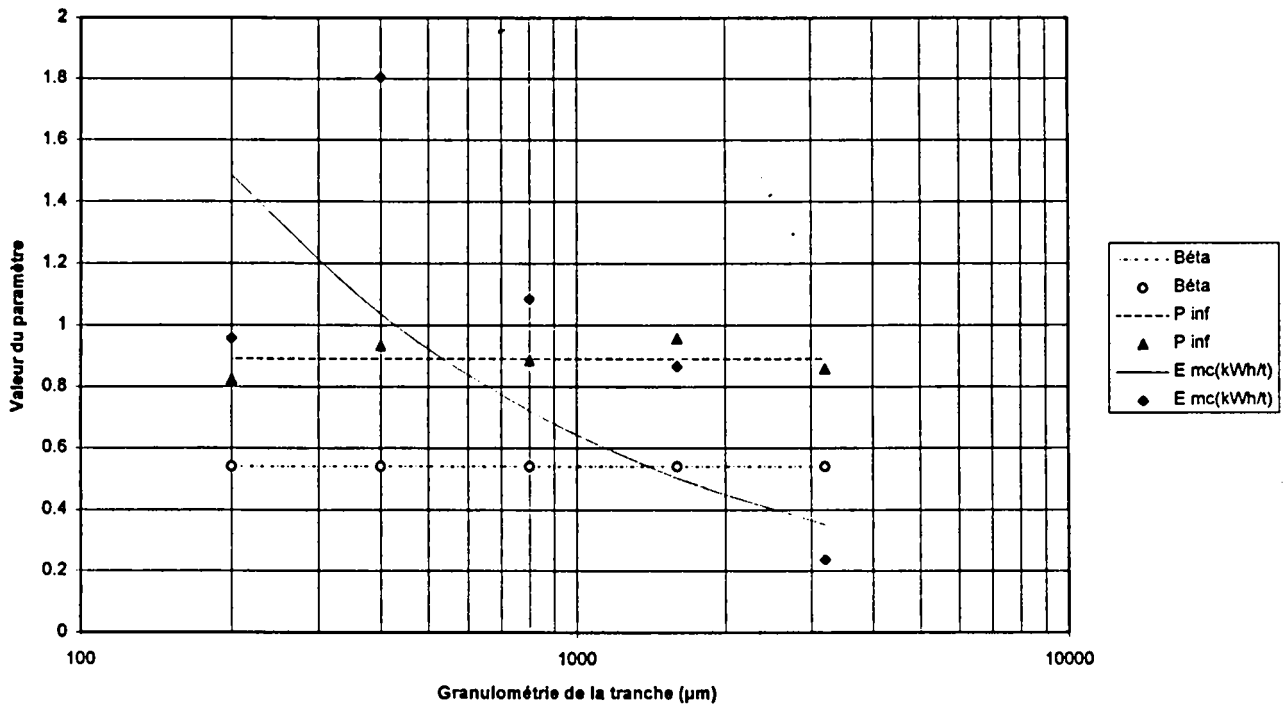


figure III-5: Evolution des paramètres en fonction de la granulométrie de la tranche (Liu et al.1994)

Les valeurs de P_{inf} se situent dans une bande étroite centrée sur une valeur de 0.89 . C'est cette valeur constante qui a été retenue pour modéliser P_{inf} . Pour le paramètre β c'est une valeur constante de 0.54 qui a été retenue. La formulation retenue pour modéliser l'évolution de E_{mc} ne reproduit que très grossièrement l'évolution réelle. A partir de ces formulations théoriques, nous avons tracé la simulation de l'évolution des refus dans les différentes tranches sur la figure III-6.

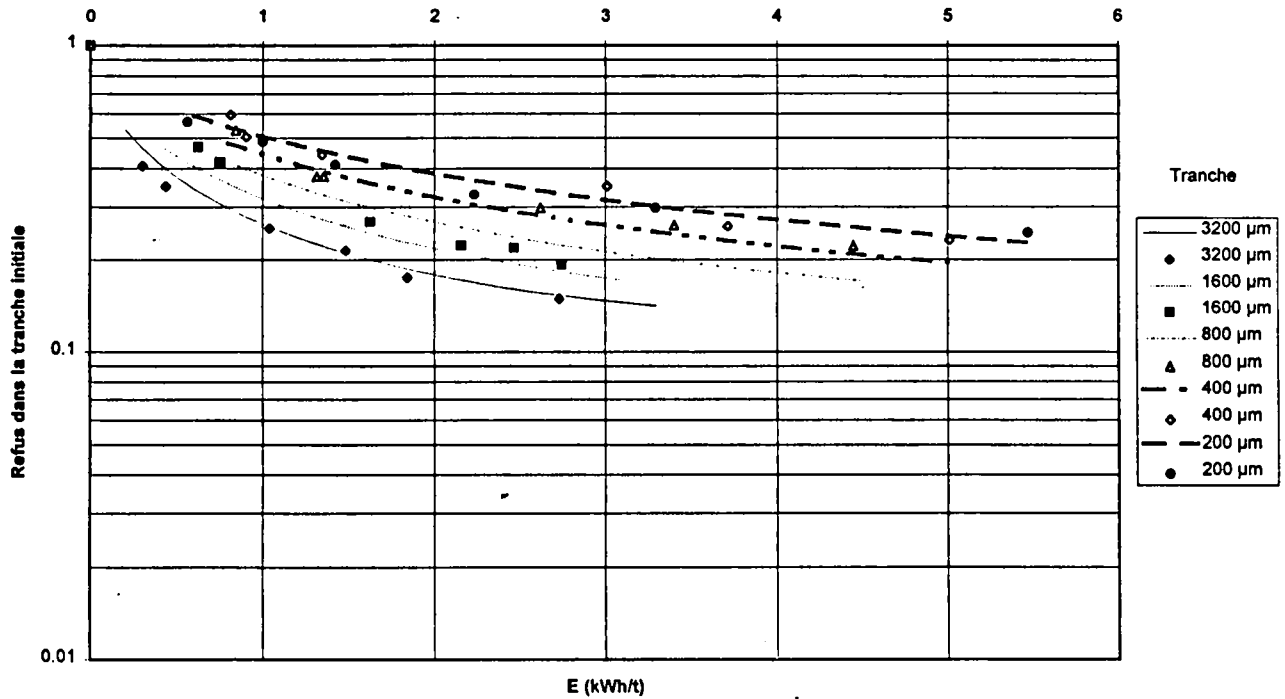


figure III-6: Modélisation des refus dans la tranche initiale en fonction de l'apport énergétique

(Liu et al. 1994)

La simulation est bonne pour les tranches les plus grossières, mais l'est moins dans le cas des tranches plus fines. Nous retrouvons la l'approximation grossière retenue pour modéliser l'évolution du paramètre E_{mc} .

Ces résultats de la littérature vont maintenant nous permettre d'effectuer des comparaisons avec les nôtres.

III.4. Essais de compressions sur tranches.

III.4.1. Présentation des résultats

Dans un premier temps nous présentons les granulométries brutes correspondant à ces essais. Les résultats seront présentés en fonction des pressions maximales et des apports énergétiques correspondants. Nous ne présenterons que les granulométries associées aux essais sur la tranche 5000-6300 μm . Les granulométries associées aux compressions sur les autres tranches présentant toutes la même allure à une anamorphose près.

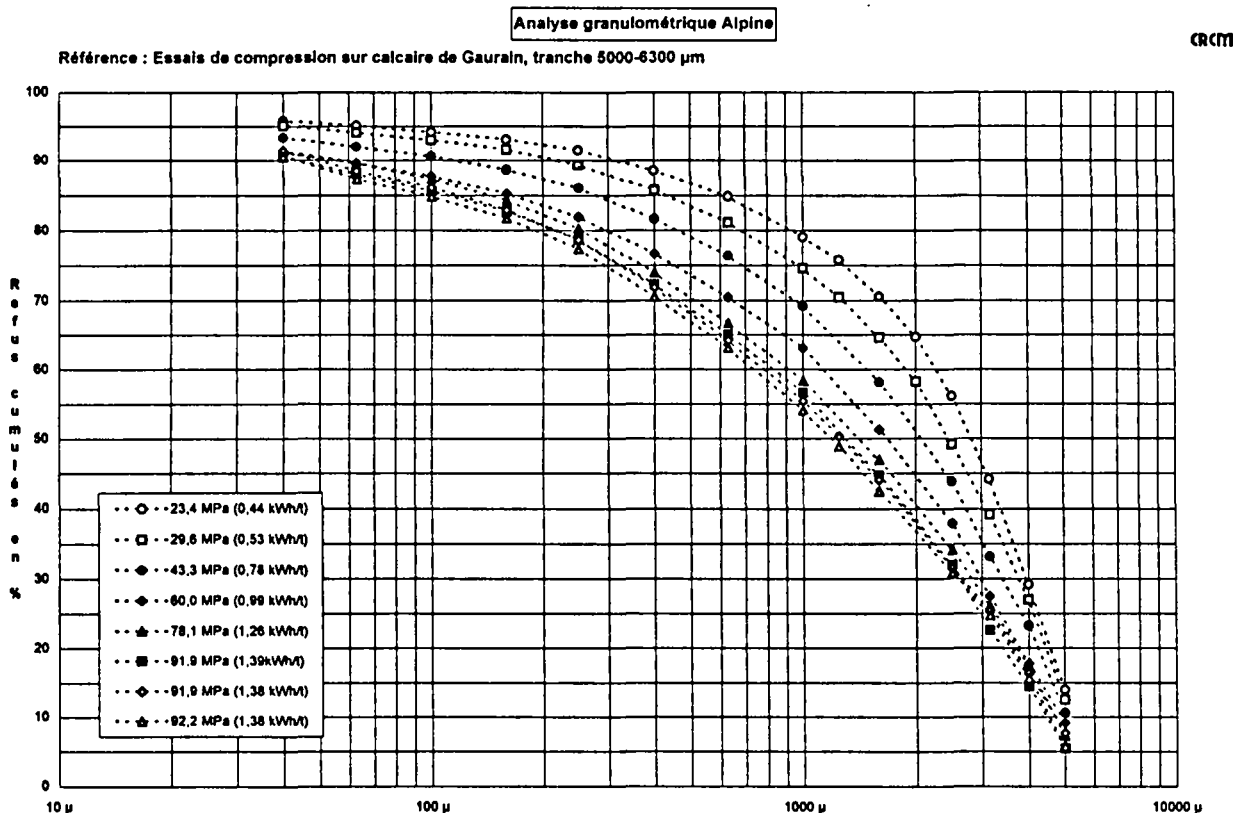


figure III-7: Analyses granulométriques des essais sur la tranche 5000-6300 μm

Ces résultats font apparaître un « tassement » progressif des courbes granulométriques lorsque l'apport énergétique croît. Notons que les points correspondants aux refus sur le tamis constituant la borne supérieure de la tranche ne sont pas représentés. Il est évident que la valeur de ces refus est nulle.

On retrouve le tassement progressif des courbes granulométriques dans les courbes traduisant les évolutions des d50 et d80 en fonction des apports énergétiques (figure III-8 à figure III-13).

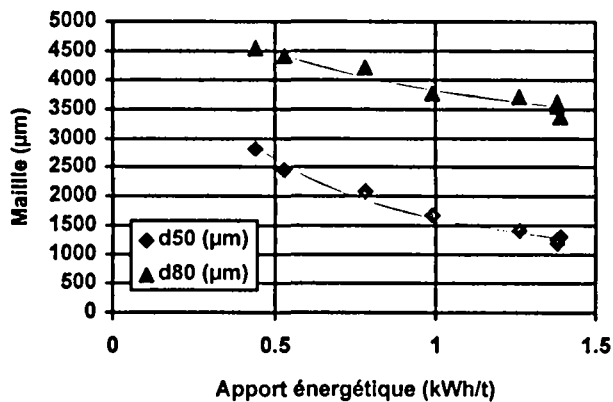


figure III-8: Tranche 5000-6300µm

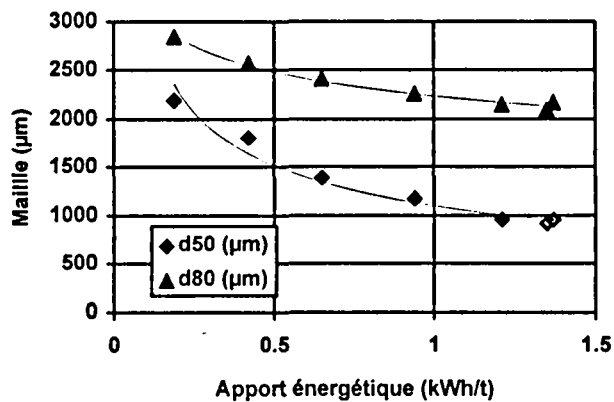


figure III-9: Tranche 2500-3150µm

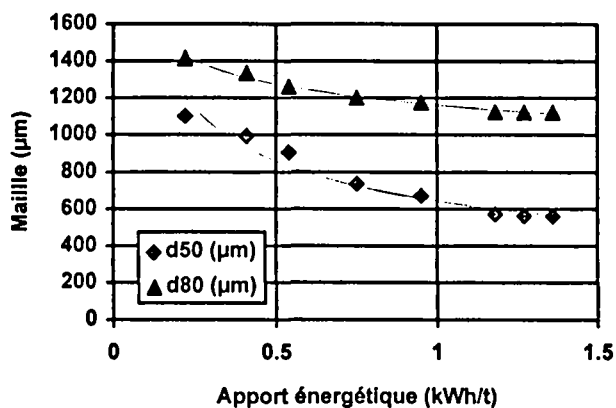


figure III-10: Tranche 1250-1600µm

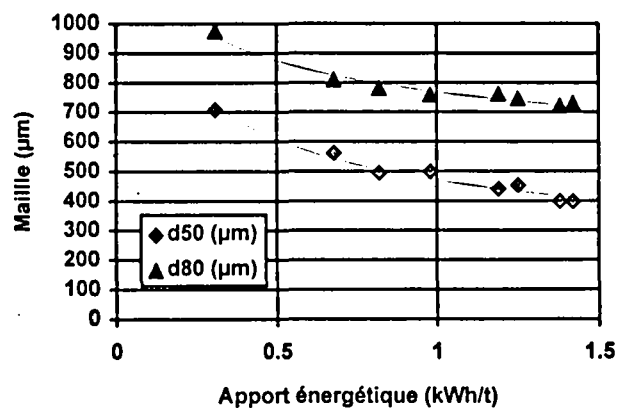


figure III-11: Tranche 800-1000µm

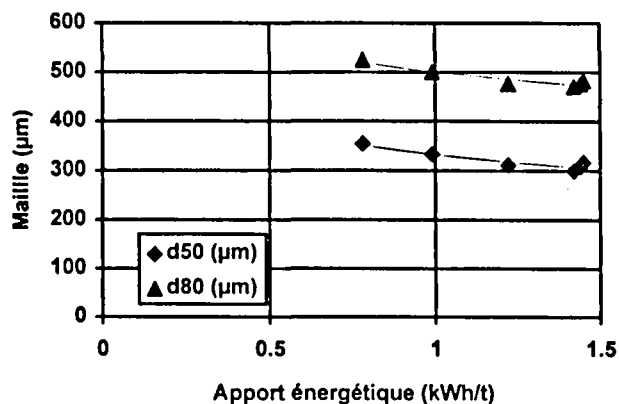


figure III-12: Tranche 500-630µm

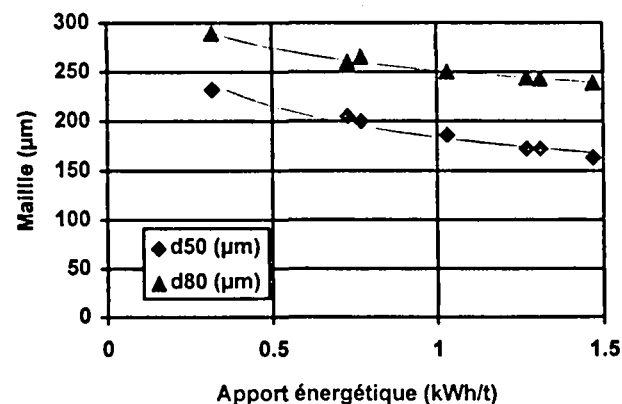


figure III-13: Tranche 250-315µm

III.4.2. Cas particulier de la tranche 80-100 μm

On présente dans le tableau 1 les données relatives à l'essai réalisé sur la tranche 80-100 μm . Dans ce cas particulier étant donné la finesse des produits, les analyses granulométriques Alpines ont été doublées par des analyses réalisées à l'aide d'un granulomètre laser Cilas 715.

Mesure granulométrique	Pression maximale (MPa)	Apport énergétique (kWh/t)	d50 (μm)	d80 (μm)
	92.5	1.56		
Alpine	"	"	57.3	78.5
Laser 1	"	"	45.4	82.7
Laser 2	"	"	42.9	81.7

tableau 1: Résultats des essais sur la tranche 80-100 μm

Dans le graphique ci dessous, figure III-14, on présente les analyses correspondantes. Nous avons aussi fait figurer dans ce graphique la granulométrie de la tranche 80-100 μm avant compression, mesurée à l'aide du granulomètre laser (Cilas 715). Il apparaît que dans ce cas le granulomètre laser indique une étendue plus large. Nous retrouvons en fait ici une différence (classique) entre les analyses granulométriques d'un même échantillon par différentes méthodes d'analyse. Des différences similaires se retrouvent dans les analyses granulométriques des produits issus de la compression comparativement aux mesures effectuées par tamisage. Nous noterons la bonne reproductibilité des mesures réalisées à l'aide du granulomètre laser.

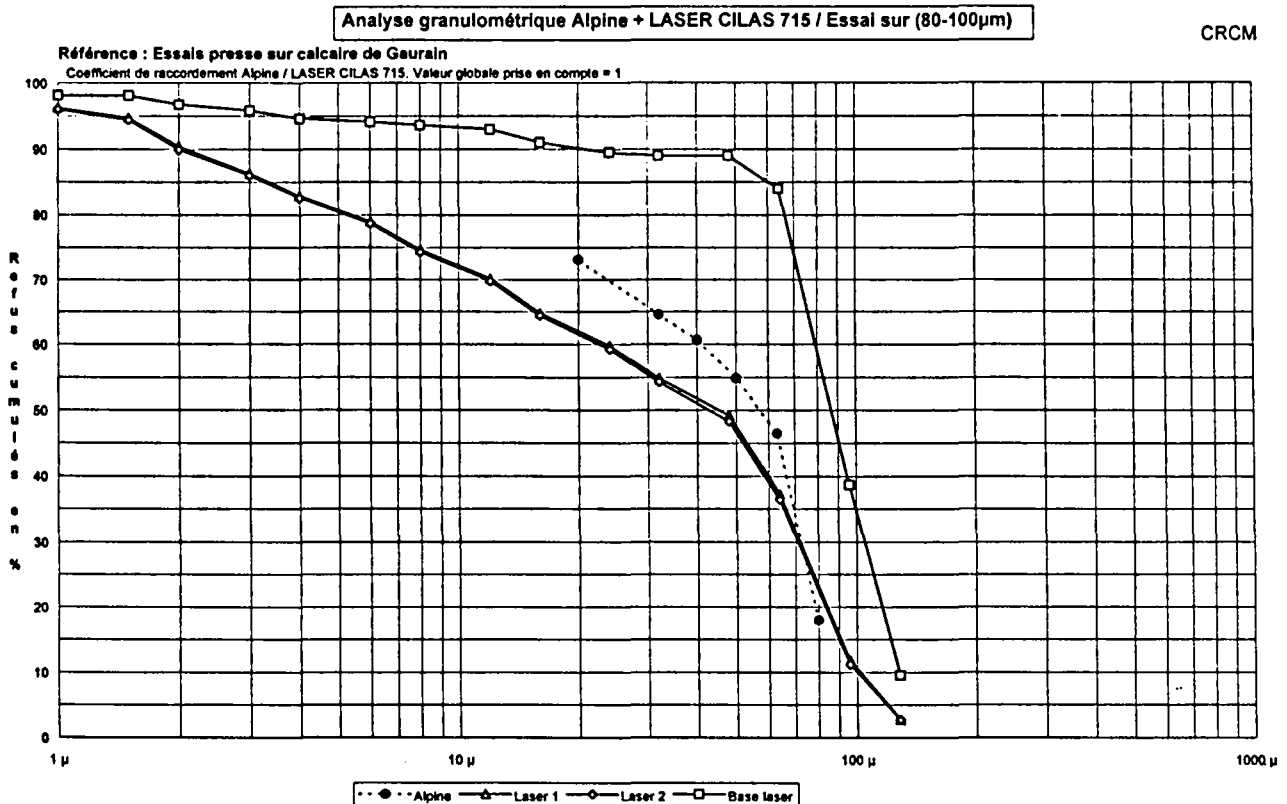


figure III-14: Analyses granulométriques des essais sur la tranche 80-100 μm

III.4.3. Evolution des refus dans la tranche initiale

Le but de ce paragraphe est d'effectuer une synthèse des résultats des essais de compression sur tranches en terme d'évolution des refus dans la tranche initiale. Ceci afin d'étudier la vitesses de disparition des particules.

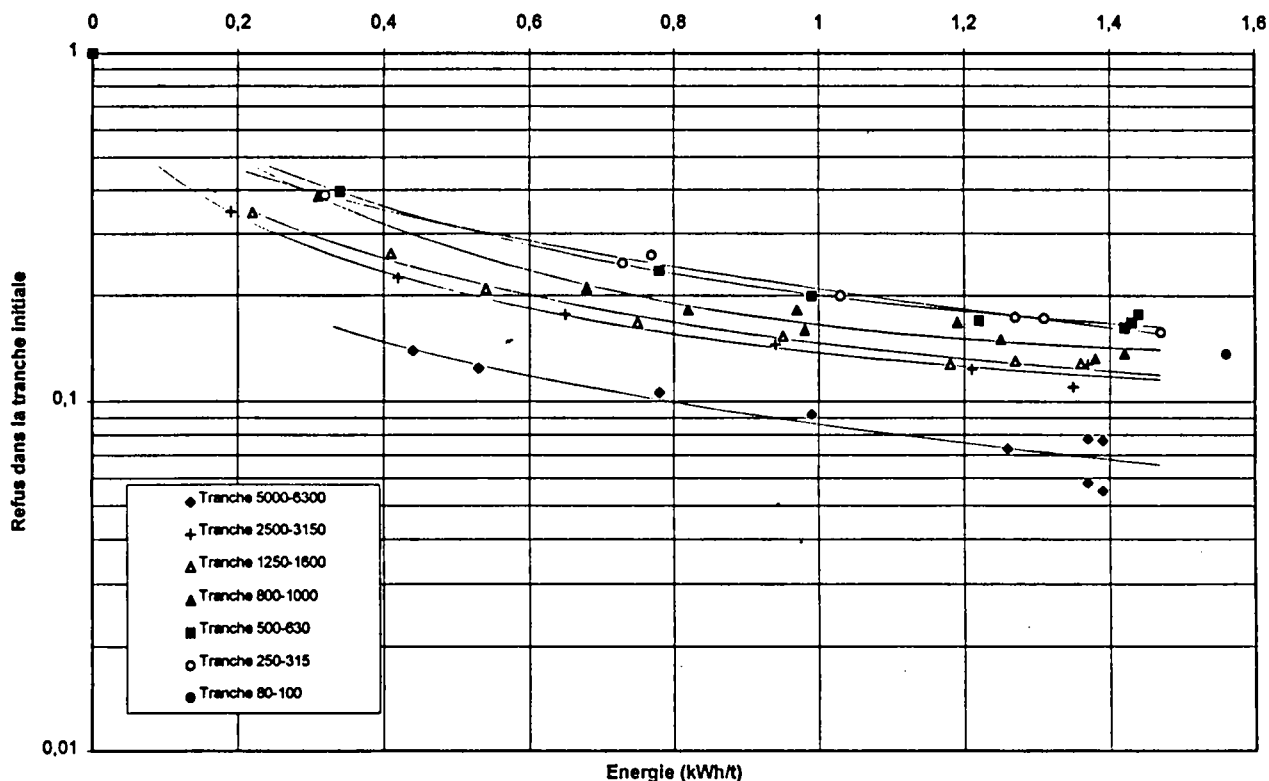


figure III-15: Refus dans la tranche initiale en fonction de l'apport énergétique.

On présente sur la figure III-15 les résultats des essais de compressions sur tranches en terme de refus dans la tranche initiale. Il apparaît de manière évidente que la pente des courbes, c'est à dire la vitesse de disparition des particules d'une tranche diminue avec l'augmentation de l'apport énergétique (ce qui traduit une diminution progressive de l'efficacité de broyage avec l'augmentation de l'apport énergétique). Dans le cas des broyeurs réservoirs et lorsque l'hypothèse de premier ordre est vérifiée (ce qui est souvent le cas), cette pente est constante avec l'apport énergétique. Cette non linéarité constitue une différence importante entre les deux processus.

A apport énergétique constant les refus dans la tranche initiale paraissent d'autant plus faibles que la tranche est grossière. Pour vérifier ce point, nous avons tracé l'évolution des refus à apport énergétique constant, en fonction de la granulométrie initiale de la tranche. Nous donnons dans la figure III-16 la représentation correspondante pour différents apports énergétiques.

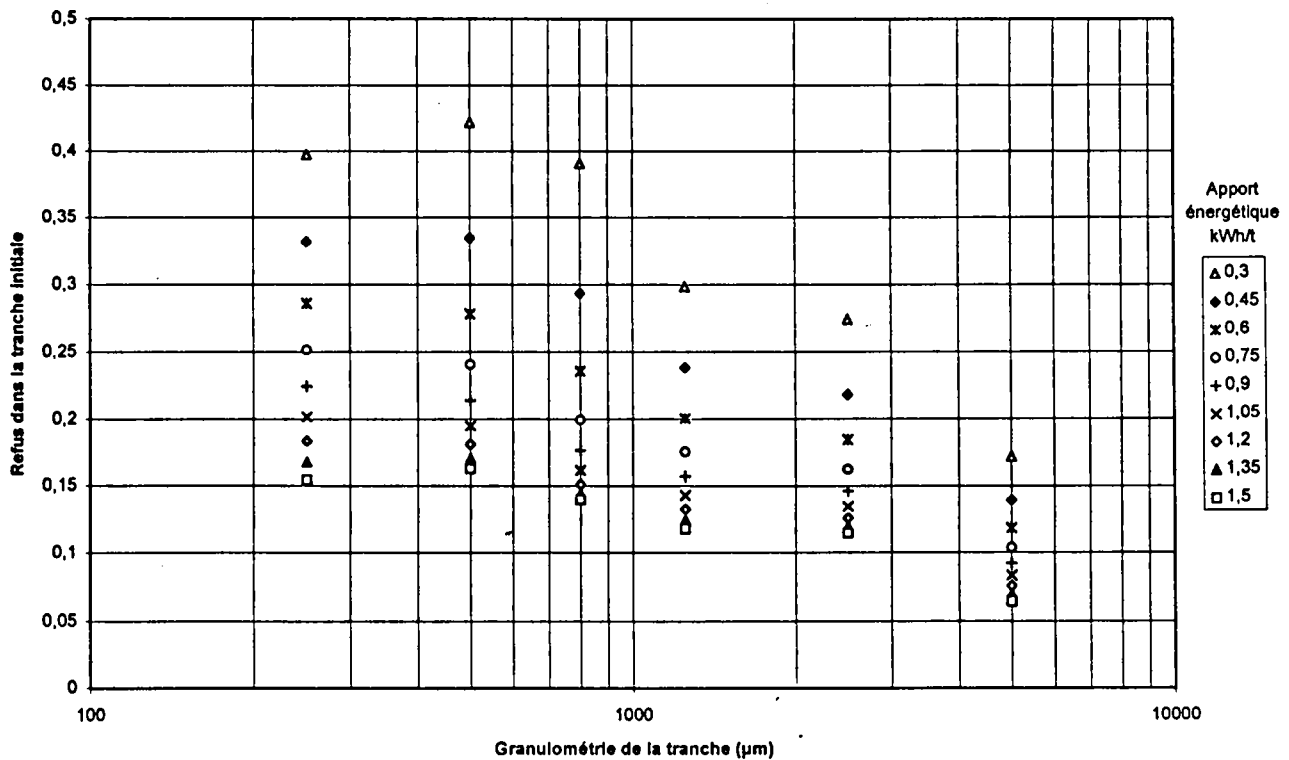


figure III-16: Evolution des refus dans la tranche initiale à apport énergétique constant en fonction de la granulométrie de la tranche

Si on excepte les points relatifs à la tranche la plus fine (250-315µm), il apparaît qu'à apport énergétique constant, le pourcentage des refus dans la tranche initiale diminue avec l'augmentation de la taille des particules (tranches grossières). L'efficacité du broyage croît avec l'augmentation de la taille des particules (moins de refus pour un même apport énergétique). Nous expliquons ceci par l'évolution de la résistance des particules avec leurs tailles. En effet, les particules les plus grosses sont plus faciles à rompre que les plus fines.

L'étude des points associés aux deux tranches les plus fines nuance l'effet mis en évidence ci dessus. A apport énergétique constant, les refus dans les tranches 250-315 µm et 500-630 µm sont presque identiques. En fait, nous pouvions déjà constater ceci sur la figure III-15 où cela se traduisait par la superposition des courbes d'évolution des refus pour ces deux tranches. L'étude des résultats de l'essai sur la tranche 80-100µm (figure III-15) confirme ce point. Nous obtenons pour cette tranche un refus quasiment identique à celui obtenu dans le cas des tranches 250-315 µm et 500-630 µm.

Sur la base de ces résultats, on peut donc postuler l'existence d'une maille de transition dans le comportement au broyage. On peut ici estimer cette maille de l'ordre de 500µm. Pour les particules de tailles plus importantes, nous observons une augmentation de l'efficacité de broyage avec l'augmentation de la taille des particules. Par contre, pour les tailles inférieures, contrairement à ce qu'il est naturel d'imaginer (diminution progressive de l'efficacité avec la diminution de la taille des particules), les refus restent constants. On peut faire un parallèle avec les broyeurs à boulets où à chaque taille de boulets correspond une maille où l'efficacité de broyage est maximale (maximum pour la fonction de sélection).

Pour vérifier l'existence d'une telle maille de transition dans d'autres travaux, nous avons tracé ci dessous (figure III-17) l'évolution des refus à apport énergétique constant à partir des résultats de Liu et al. (1994).

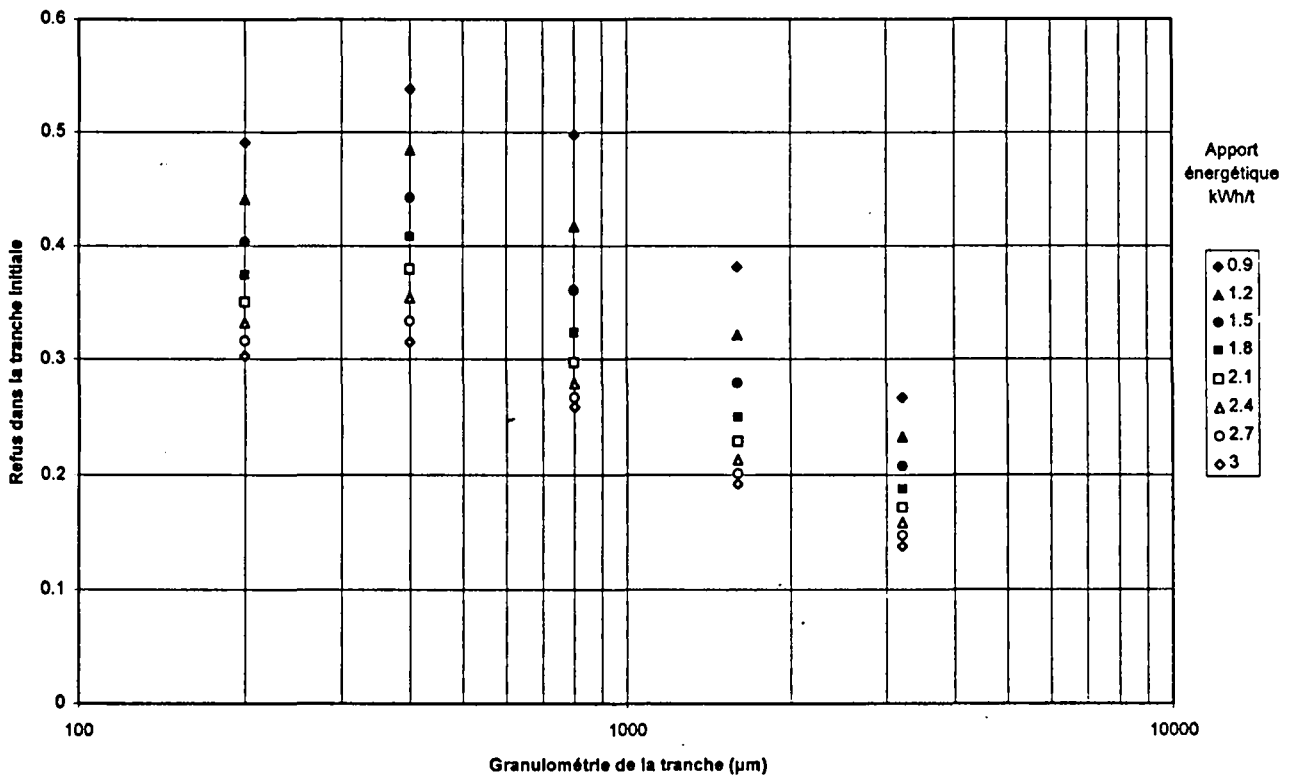


figure III-17: Evolution des refus dans la tranche initiale à apport énergétique constant en fonction de la granulométrie de la tranche (Liu et al. 1994)

Nous retrouvons bien dans ce nouveau dépouillement des résultats de Liu et al. (1994) une maille de transition similaire à celle que nous avons identifié dans nos résultats. De part et d'autre nous observons aussi un changement de comportement au broyage des tranches. Au delà de la maille (que l'on peut estimer dans ce cas de l'ordre de $400\mu\text{m}$) nous observons une diminution progressive des refus traduisant l'augmentation de l'efficacité du broyage. En dessous, la quantité des refus dans la tranche initiale n'est quasiment plus fonction de la granulométrie de la tranche (efficacité quasi constante).

III.5. Identification des paramètres de la fraction broyée

Les paramètres P_{inf} , E_{mc} et β de la modélisation de la fraction broyée ont été identifiés pour nos essais de compressions sur tranches (figure III-18 et figure III-19).

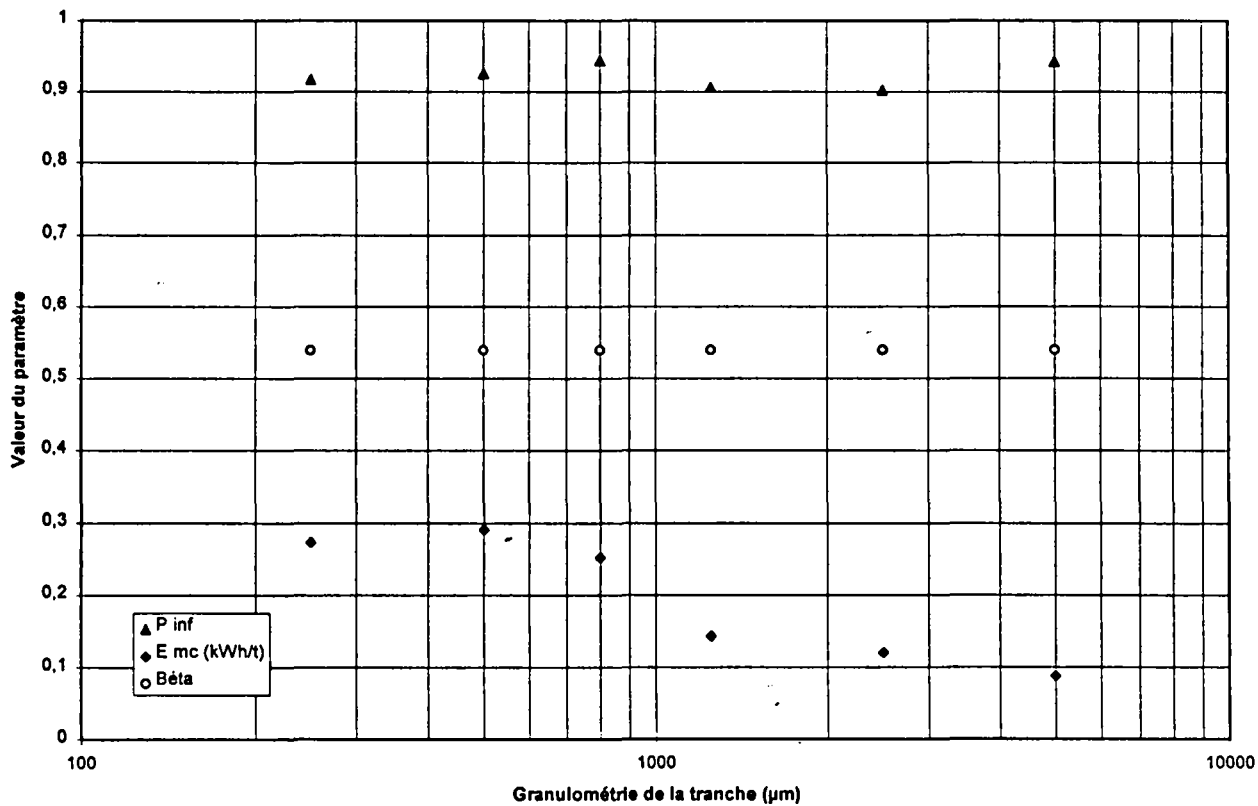


figure III-18 : Evolution des paramètres en fonction de la granulométrie de la tranche

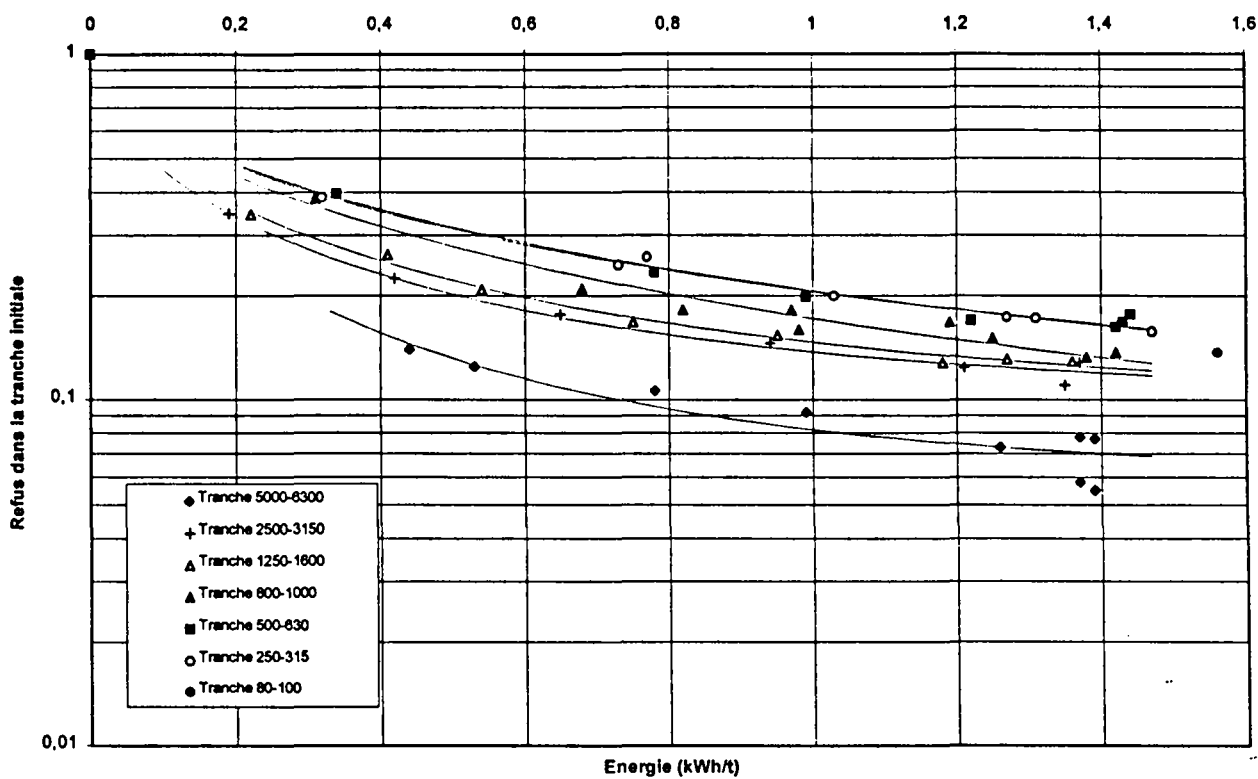


figure III-19: Evolution des refus dans la tranche initiale en fonction de l'apport énergétique

Les valeurs identifiées pour le paramètre β sont très sensibles à la forme des courbes d'évolution des refus, ce qui se traduit par une forte variabilité dans les valeurs identifiées pour β . A l'inverse les courbes d'évolution des refus montrent peu de sensibilité vis à vis de ce paramètre (très faible variation de la somme des carrés des différences entre point expérimentaux et modélisés). Après une étude de cette sensibilité nous avons choisi d'attribuer pour le paramètre β une valeur constante égale à la moyenne des β identifiés, soit une valeur de 0.54. C'est exactement cette valeur qui a été identifiée par Liu et al. (1994) sur un quartz. La moyenne des β donnés par Schönert & Müller (1990a), de 0,59 est aussi très proche de cette valeur.

Pour P_{inf} , la valeur maximale de la fraction broyée, nous obtenons une valeur quasiment constante de 0,9. L'étude de l'évolution des refus sur la figure III-19 fait apparaître pour la tranche 5000-6300 μ m des refus systématiquement plus faibles que pour les autres tranches. Nous avons déjà rappelé que les particules les plus grossières étaient les plus faciles à rompre. A cet effet s'ajoute un second dont on peut trouver une explication dans l'étude des entrefers en fin de compression. L'analyse de ces entrefers indique une valeur moyenne de 18mm (pour les essais correspondants aux apports énergétique les plus importants), soit moins de trois fois la taille maximale des grains composant la tranche. Il est évident que plus la taille maximale des grains est grande vis à vis de l'entrefers minimal, plus ces grains ont des chances d'être fracturés lors de la compression. Dans le cas extrême où la maille de la borne inférieure de la tranche serait supérieure à l'entrefers en fin d'essai, il est évident que la valeur des refus serait alors nulle. On peut donc présager des valeur de P_{inf} proches de 1 pour des particules très grossières.

L'évolution du paramètre E_{mc} (homogène à une énergie), laisse penser qu'il pourrait traduire la broyabilité du matériau. En effet l'allure de l'évolution de ce paramètre concorde avec celle des refus à apport énergétique constant comme nous le montrons la figure III-20.

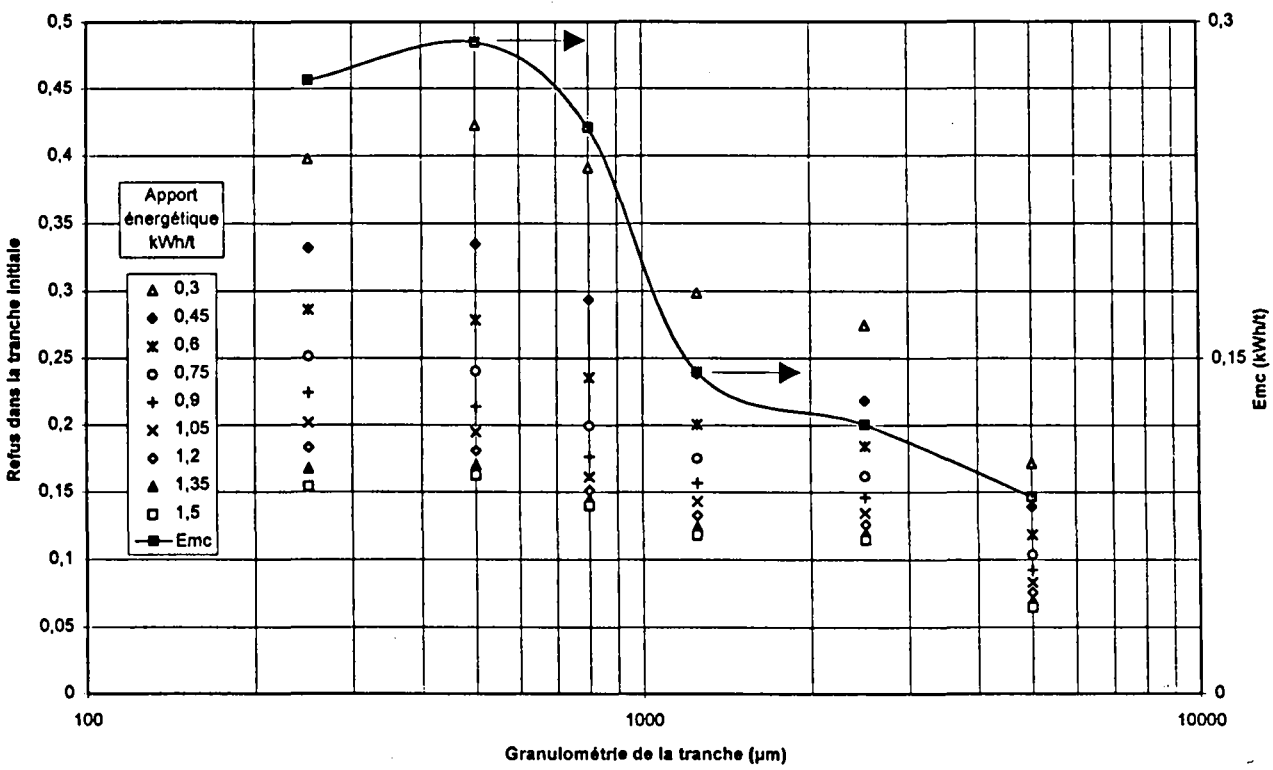


figure III-20: Evolution des refus dans la tranche initiale à apport énergétique constant

Nous constatons sur cette figure III-20 la bonne corrélation des évolutions des refus et celle de E_{mc} . On retrouve en particulier la maille de transition identifiée précédemment.

Cependant E_{mc} ne donne qu'une indication qualitative de l'évolution de la broyabilité des tranches comme nous le montrons ci dessous.

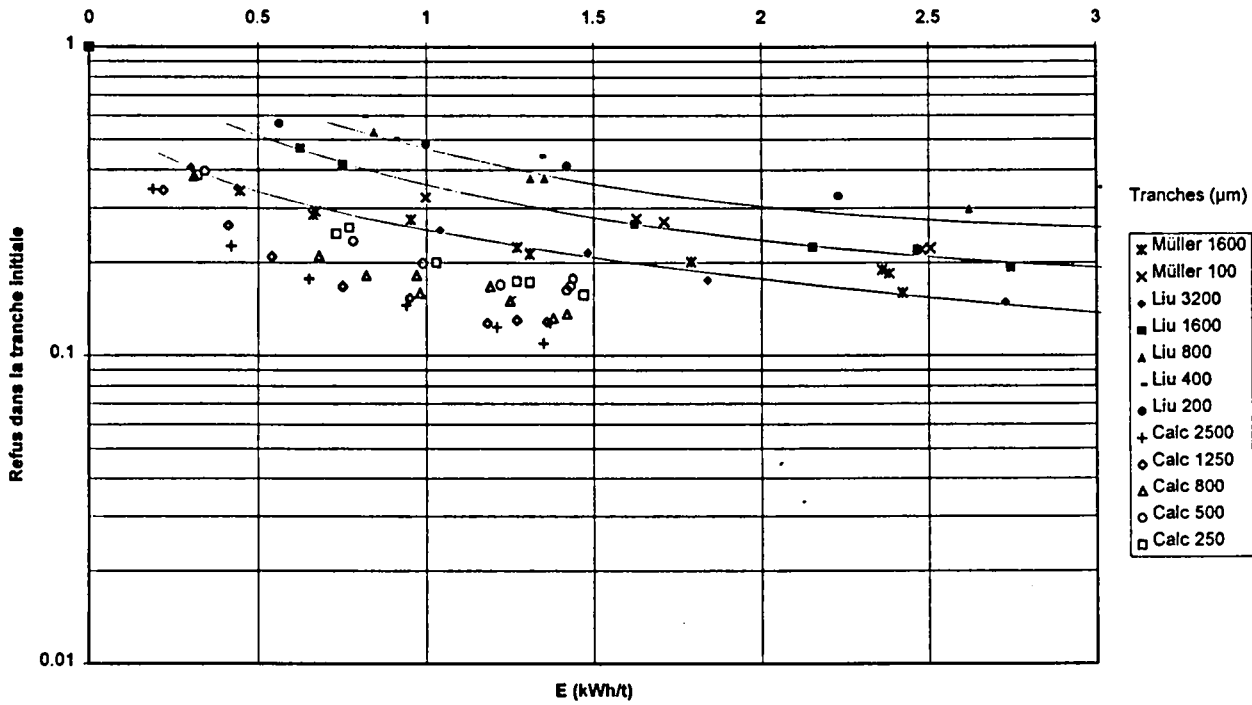


figure III-21: Compilation des résultats en terme d'évolution des refus

En effet, nous avons compilé dans un même graphe, figure III-21, nos résultats, ceux de Schönert & Müller (1990a) et ceux de Liu et al. (1994). Nous retrouvons bien des différences de broyabilité entre les produits comme le laissait présager les valeur du paramètre E_{mc} . Cependant si nous voulons effectuer une comparaison quantitative, considérons par exemple les valeurs maximales de E_{mc} obtenues dans nos essais et celles de Liu et al. (1994), respectivement 0,3 et 1,8. Nous remarquerons qu'il est fort improbable qu'il faille six fois plus d'énergie pour broyer le quartz utilisé par Liu que pour broyer notre calcaire jusqu'à une finesse donnée. Il suffit pour s'en convaincre de comparer le W_i (Work Index de Bond) du calcaire de Gaurain (12,77 kWh/sh ton) et la gamme des W_i possibles pour un quartz présentée dans le tableau 2. Ce qui montre que le paramètre E_{mc} ne donne qu'une indication qualitative de l'évolution de la broyabilité.

Index de broyabilité de Bond W_i (kWh/sh ton)		
Matériau	Valeur moyenne	Gamme des valeurs
Quartz	14.4	11-21

tableau 2: Index de broyabilité de Bond (W_i)

Le point le plus intéressant dans l'évolution du paramètre E_{mc} est qu'on y retrouve la maille de transition identifiée précédemment. Ce que nous retrouvons dans les résultat de Liu et al. (1994), comme on le montre sur la figure III-22.

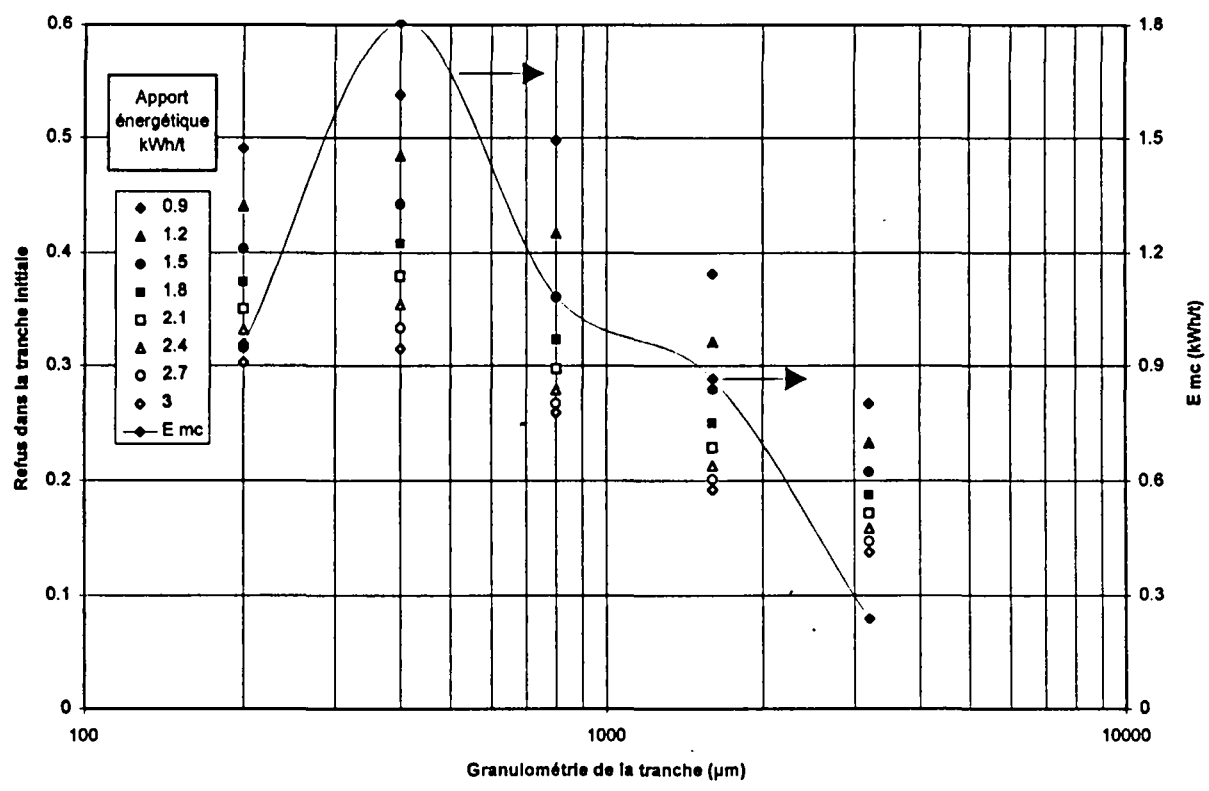


figure III-22: Evolution des refus dans la tranche initiale à apport énergétique constant paramètre E_{mc} en double échelle (Liu et al., 1994)

Nous pouvons aussi montrer ce résultats à partir des essais de Schönert & Müller (1990a). Bien que la valeur de E_{mc} ne soit pas donnée par les auteurs pour la tranche 100-125μm, les résultats fournis permettaient son évaluation. Nous avons calculé une valeur de 0.43 que nous avons reporté sur la figure III-23. Nous constatons aussi la présence d'un pic à une maille que l'on peu estimer de l'ordre de 200μm.

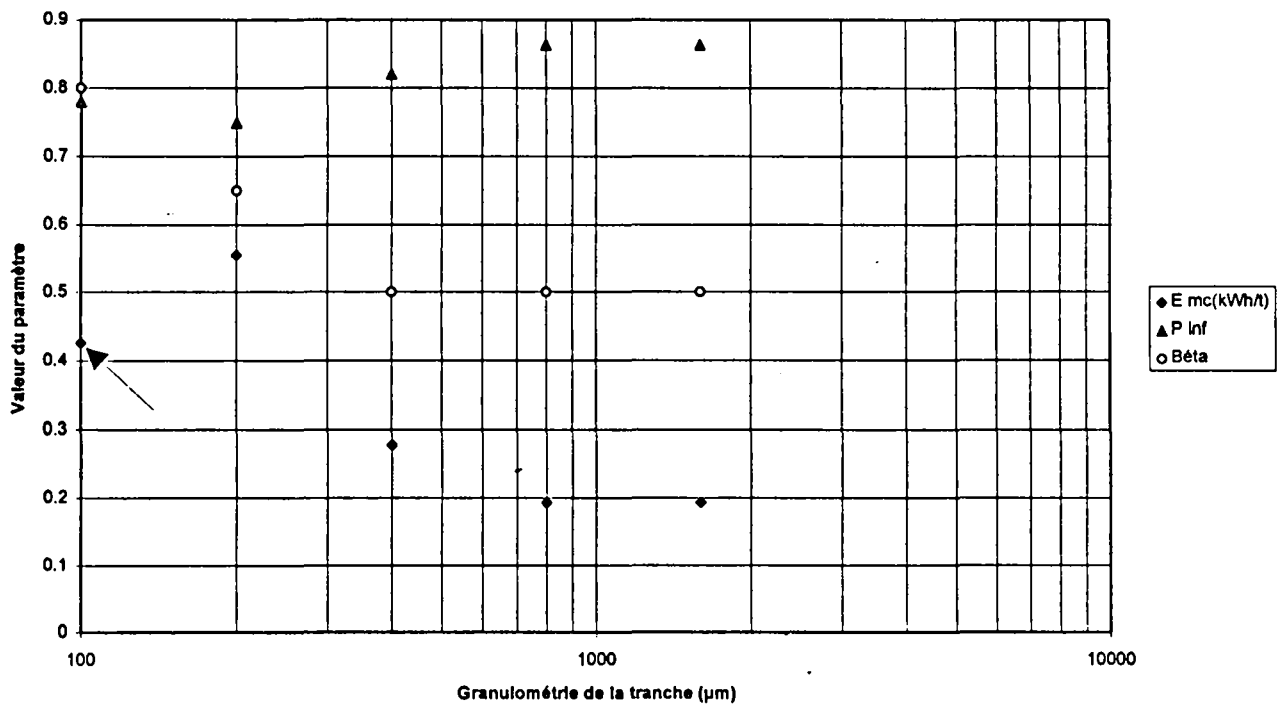


figure III-23: Evolution des paramètres en fonction de la granulométrie de la tranche

(Schönert & Müller, 1990a)

III.6. Conclusions.

L'approche de la modélisation retenue consiste à suivre l'évolution de la quantité de matériaux dans chaque tranche granulométrique au cours du broyage. Ceci impose la formulation des fonctions qui traduisent la cinétique du broyage et en particulier la cinétique de disparition. Dans ce chapitre nous avons présenté les résultats des essais de compression réalisés dans le but de formuler ces fonctions dans le cas du broyage par compression.

Le point important qui se dégage d'emblée des résultats est la non linéarité des courbes d'évolution des refus en fonction des apports énergétiques, contrairement aux broyeurs réservoir lorsque l'hypothèse de premier ordre est vérifiée. Ceci justifie l'utilisation d'une formulation en terme de refus dans la tranche initiale plutôt qu'en terme de vitesse de disparition (définie à partir de la pente de la droite d'évolution des refus). Une telle formulation est proposée. Les paramètres identifiés lors des essais font apparaître une maille de transition dans le comportement au broyage des différentes tranches. Pour les particules de tailles plus importantes que cette maille, l'efficacité de broyage augmente avec l'augmentation de la taille des particules. Par contre, pour les tailles inférieures, contrairement à ce qu'il est naturel d'imaginer (diminution progressive de l'efficacité avec la diminution de la taille), l'efficacité reste pratiquement constante. Nous retrouvons cette maille dans tous les résultats de la littérature. On peut donc postuler que c'est une des caractéristiques du broyage en lit.

L'analyse des processus élémentaires montre que la cinétique du broyage mise en jeu lors la compression déterministe d'un lit de matériaux n'est pas assimilable à celle obtenue dans les broyeurs réservoirs. En effet dans ces derniers, l'action de broyage est constituée d'une multitude

d'actions élémentaires distribuées dans l'espace et dans le temps (aspect statistique du broyage), le temps de séjour dans le broyeur conditionnant l'apport énergétique. Dans le cas de la compression déterministe d'un lit de matériaux, l'apport énergétique et donc l'action globale de broyage dépend de la rhéologie du lit qui change au cours de la compression. L'étude de la rhéologie des matériaux granulaires et en particulier de l'influence de la granulométrie sur le comportement fait l'objet du chapitre suivant.

Dans le cas du broyage par compression, l'identification des paramètres des fonctions de broyage ne peut donc pas se faire directement à partir de la méthodologie des essais sur tranches. En effet, le comportement d'une tranche (qui conditionne fortement l'apport énergétique) n'est pas représentatif de celui des étendues plus larges. Lors de la compression on passe du comportement d'une tranche dans les premiers instants du broyage au comportement d'une étendue dans la suite. Ainsi, l'identification des paramètres à partir des essais sur tranches nécessite l'utilisation d'un modèle qui tient compte de cette évolution.

Les non linéarités des courbes d'évolution des refus posent aussi la question de la validité de l'hypothèse de premier ordre dans le cas du broyage par compression (la cinétique de disparition des particules d'une tranche est elle influencée par la présence des autres tranches ?). Dans le cas des broyeurs réservoir, la linéarité dans l'évolution des courbes de refus permet de vérifier cette hypothèse. L'étude de cette hypothèse dans le cas de la compression impose une méthodologie différente de celle utilisée pour les broyeurs réservoirs. Cette étude dans le cas du broyage par compression puis par multicompression sera l'objet du cinquième chapitre.

IV. Chapitre 4: aspect rhéologique des matériaux granulaires

IV.1. Introduction

Le but principal recherché dans ce chapitre est la formulation d'une relation qui lie les contraintes aux déformations lors de la compression. Nous avons déjà montré l'importance de cette relation dans le dimensionnement des broyeurs industriels. Cette relation apparemment simple entre les contraintes et les déformations intègre en fait un grand nombre de phénomènes difficiles à modéliser, lorsqu'on désire utiliser une approche fine de la compression d'un milieu granulaire. Le nombre et la complexité des phénomènes mis en jeu empêchent pour l'heure toute tentative de modélisation complète du comportement tel qu'on pourrait l'envisager dans des cas plus simples.

Les résultats présentés dans la littérature concernent essentiellement des essais sur tranches granulométriques unitaires dont les résultats des chapitres précédents montrent qu'ils ne sont pas représentatifs des étendues granulaires plus larges. Pour une même pression maximale, l'apport énergétique et d'une manière plus générale le comportement du lit de particule dépendent fortement de la granulométrie des produits comprimés. Ce qui n'est pas sans conséquence sur le broyage et motive une étude plus complète de l'impact de la granulométrie sur le comportement des matériaux granulaires. Pour aborder cette étude, nous rappellerons le comportement des tranches seules. Les résultats seront comparés à ceux obtenus pour des étendues granulaires plus larges. Enfin, nous étudierons les différences de comportement entre différentes distributions granulométriques d'une même étendue granulaire.

IV.2. Etude de la rhéologie lors des essais sur tranches.

Rappelons que dans les études relatives au broyage par compression, la relation entre les contraintes et les déformations s'exprime couramment par la relation entre la pression et la compacité du matériau au cours de la compression. La compacité est définie comme le rapport de la densité apparente sur la densité réelle du matériau. La pression y est définie comme la pression moyenne s'exerçant sur le matériau.

IV.2.1. Etude des relations pression compacité associées aux tranches.

Nous donnons ci dessous les relations pression compacité associées à quelques unes des tranches granulométriques testées dans le chapitre précédent.

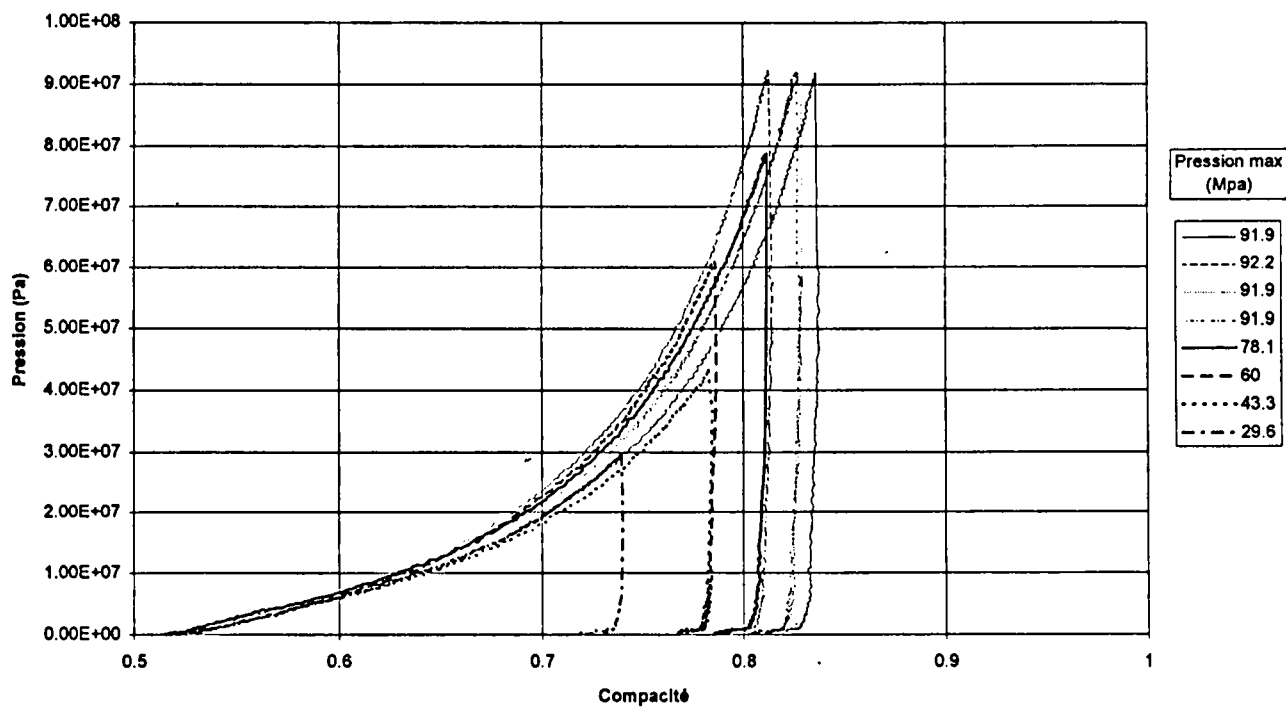


figure IV-1: Relations pression compacité de la tranche 5000-6300µm

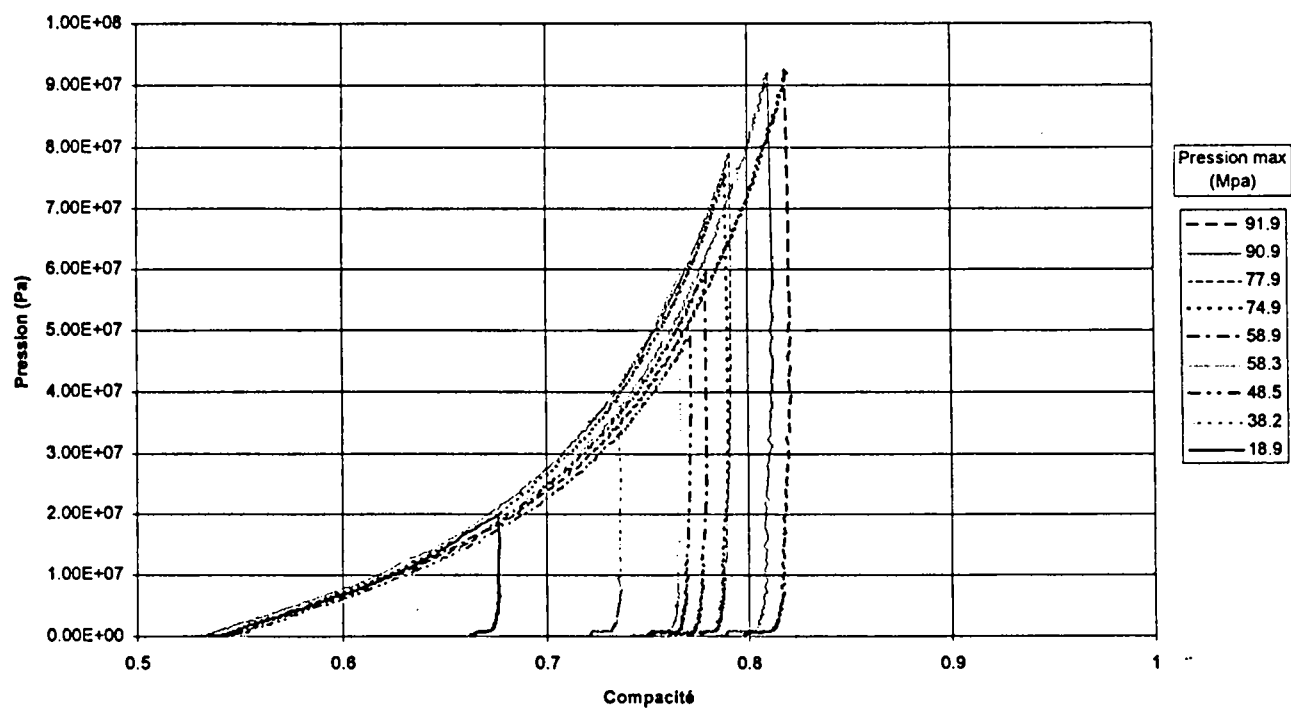


figure IV-2: Relations pression compacité de la tranche 800-1000µm

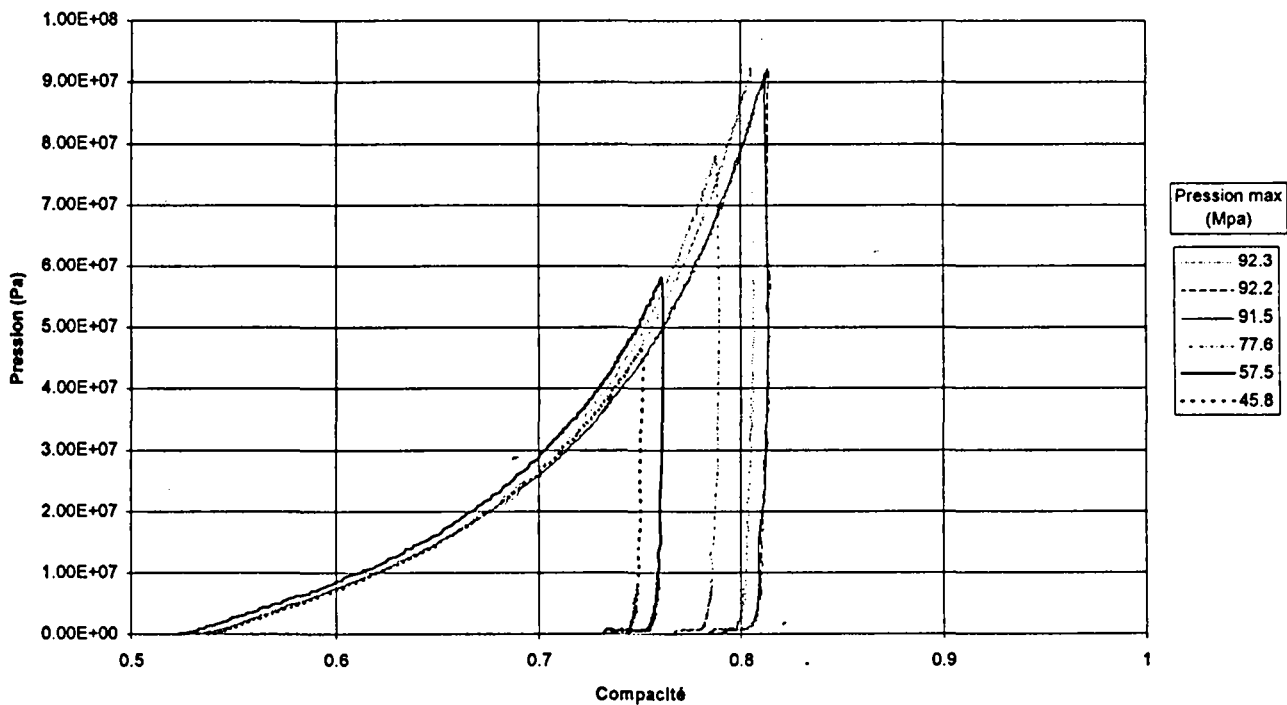


figure IV-3: Relations pression compacité de la tranche 500-630µm

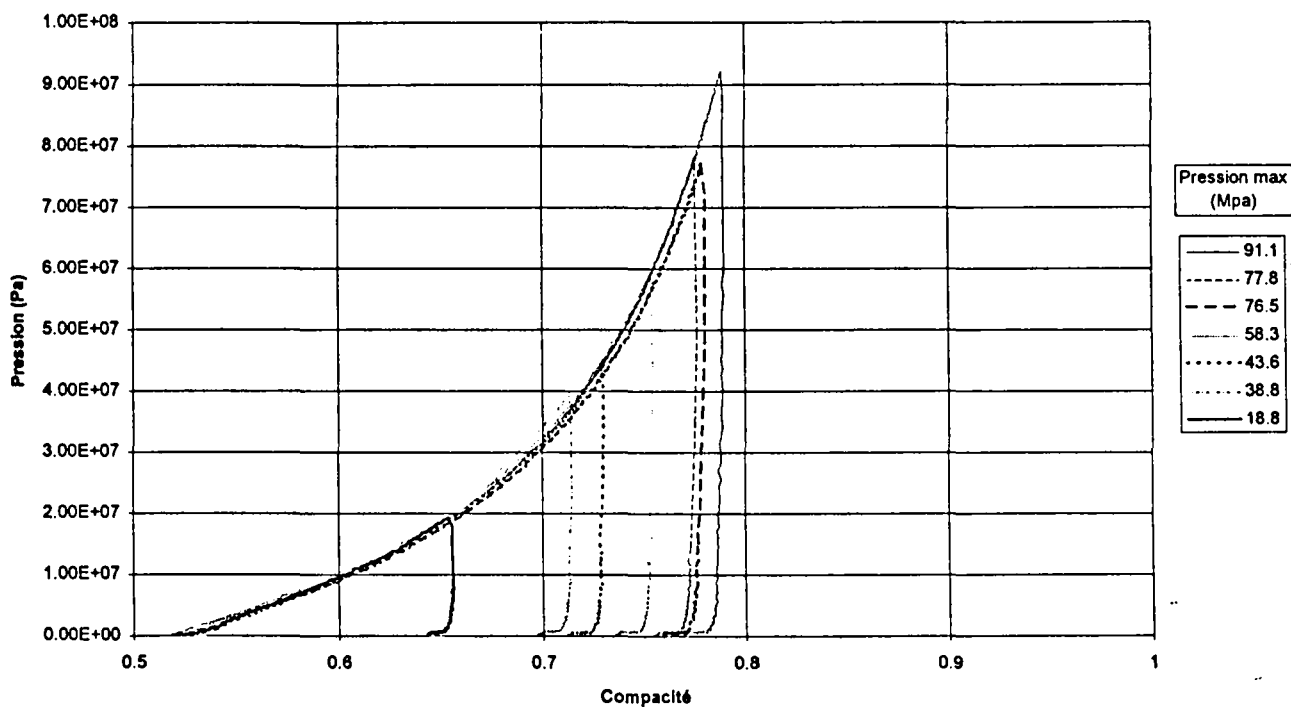


figure IV-4: Relations pression compacité de la tranche 250-315µm

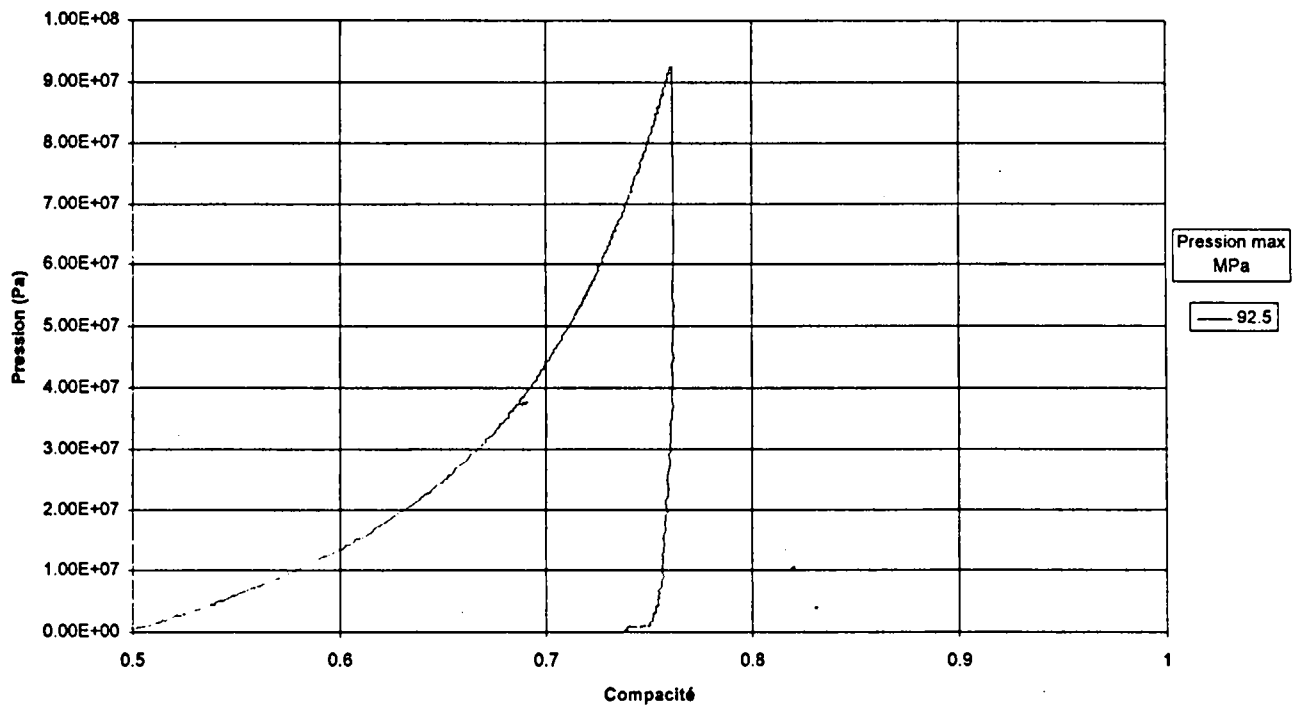


figure IV-5: Relation pression compacité de la tranche 80-100µm

Dans chaque série d'essais, toutes les valeurs de la compacité initiale sont identiques, ce qui prouve non seulement la représentativité des échantillons utilisés mais aussi la reproductibilité de la phase de préparation.

L'étude des courbes associées aux tranches les plus grossières fait apparaître une dispersion qui s'accroît avec l'augmentation de la pression. Ceci est particulièrement visible dans le cas de la tranche 5000-6300µm dont les résultats sont présentés sur la figure IV-1. Cette dispersion se traduit essentiellement par des compacités finales différentes à même pression maximale, les compacités initiales étant toutes égales. L'amplitude de cette dispersion des courbes pression compacité décroît avec la finesse des tranches. Dans le cas des tranches les plus fines les courbes sont même confondues, comme nous le constatons dans le cas de la tranche 250-315µm sur la figure IV-4. Nous expliquons cette uniformisation par la diminution de la taille des particules en regard des dimensions du lit.

Pour les tranches les plus grossières (où la dispersion est la plus grande), les écarts entre compacités finales pour une pression maximale proche de 100MPa restent cependant relativement faible, de l'ordre de deux pour cent.

IV.3. Etude des apports énergétiques associés aux essais sur tranches.

Les apports énergétiques associés aux essais sur tranches ont été calculés par intégration à partir des relations présentées ci dessus. On donne ci dessous l'évolution des ces apports énergétiques pour chaque tranches et pour différents niveaux de chargement.

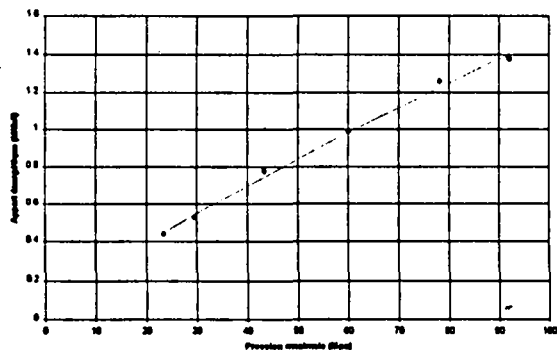


figure IV-6: Tranche 5000-6300µm

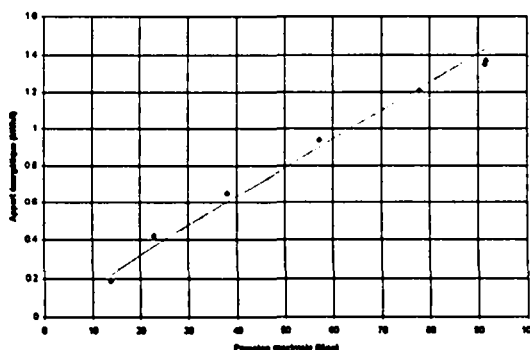


figure IV-7 : Tranche 2500-3150

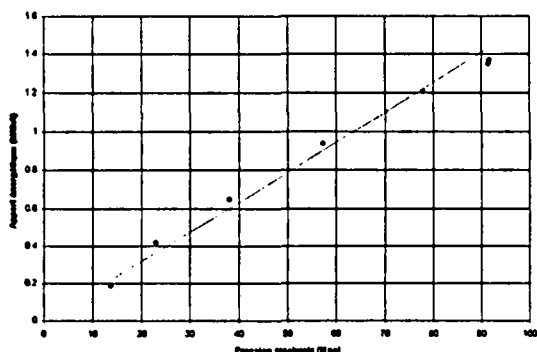


figure IV-8: Tranche 1250-1600µm

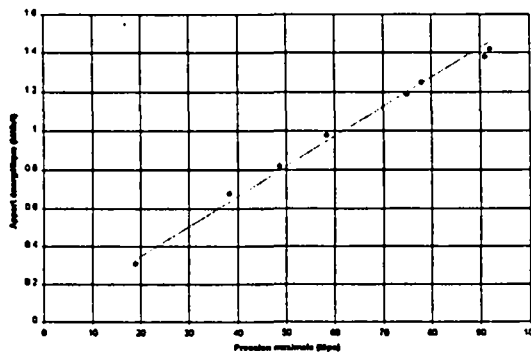


figure IV-9: Tranche 800-1000µm

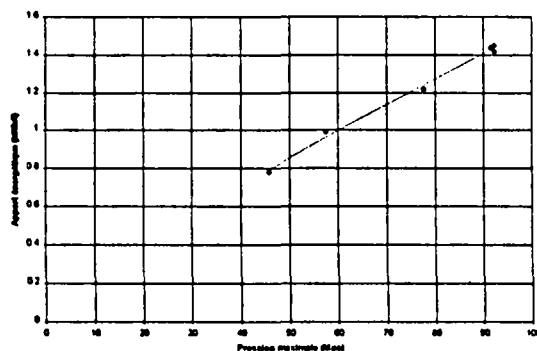


figure IV-10: Tranche 500-630µm

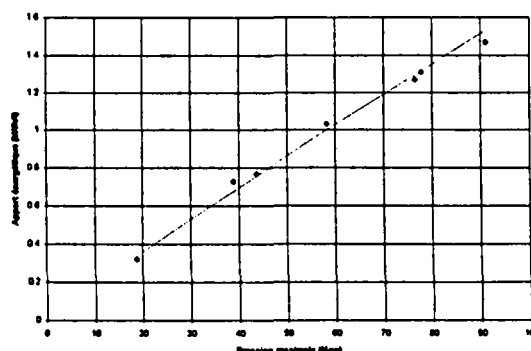


figure IV-11: Tranche 250-315µm

Pour chacune des tranches, nous ne retrouvons pas dans l'évolution de l'apport énergétique les différences enregistrées sur les courbes pression compacité. Ces différences qui se traduisent essentiellement par des compacités finales différentes sont sans effet sur les apports énergétiques. Lors de l'intégration qui mène au calcul des apports énergétiques la raideur des courbes pression compacité compense systématiquement les différences de compacités finales.

IV.3.1. Comparaison des relations pression compacité des essais sur tranches.

Les résultats tels qu'ils sont présentés ci dessus ne permettent pas de comparer directement le comportement des différentes tranches pour une même pression maximale. Pour effectuer cette comparaison, nous avons tracé dans un même graphe, figure IV-12, les relations pression compacité des essais sur tranches présentés plus haut pour une pression maximale de 92 MPa.

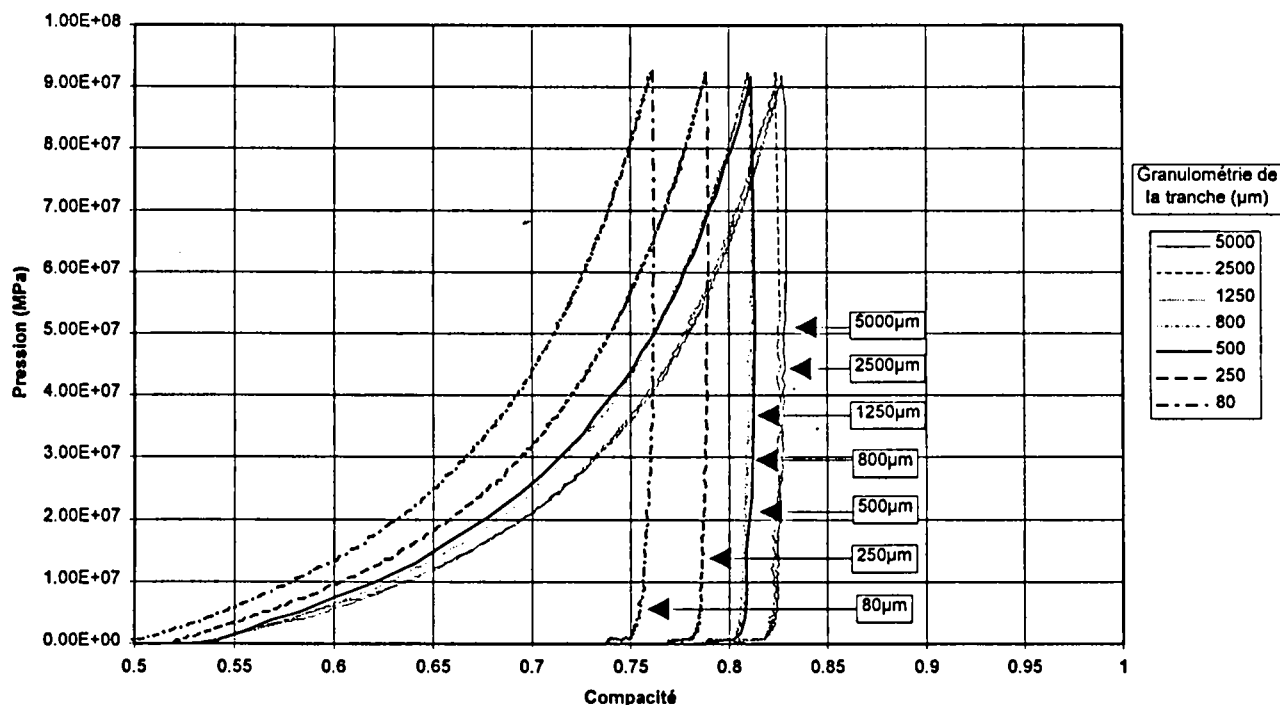


figure IV-12: Relations pression compacité des essais sur tranches pour une pression maximale de 92Mpa

Si on se réfère à l'incertitude dans l'évaluation des compacités finales mise en évidence précédemment, de l'ordre de +/-1%, nous constatons que les relations pression compacité associées aux tranches de granulométries supérieures à 500µm sont toutes très proches.

Pour les deux tranches les plus fines, 250-315µm et 80-100µm, nous notons un changement du comportement qui se traduit essentiellement par un décalage des courbes vers les compacités plus faibles et une évolution plus rapide de la pente des courbes. Nous expliquons ces changements par les différences de comportement déjà soulignées entre une étendue granulaire étroite et une plus large. En effet, dès les premiers instants du broyage une tranche génère une granulométrie d'autant plus étendue que la granulométrie de la tranche de base est grossière. Par exemple dès les premiers instants du broyage la tranche 2500-3150µm génère une granulométrie qui s'étend de 0 à 3150µm. A partir de ce moment c'est une large étendue granulaire qui est comprimée et non plus une granulométrie serrée comme c'est le cas des tranches fines, comme par exemple la tranche 80-100µm ou l'étendue générée est bornée par 0 et 100µm.

IV.3.2. Etude des compacités dans le cas des essais sur tranches

L'étude des relations pression compacité montre que les compacités initiales sont quasiment identiques pour toutes les tranches (sauf dans le cas de la tranche la plus fine 80-100 μm où la valeur est plus faible). Pour vérifier ceci nous avons tracé sur la figure IV-13 l'évolution des compacités initiales en fonction de la granulométrie des tranches, nous y avons ajouté l'évolution de la moyenne des compacités initiales par tranche.

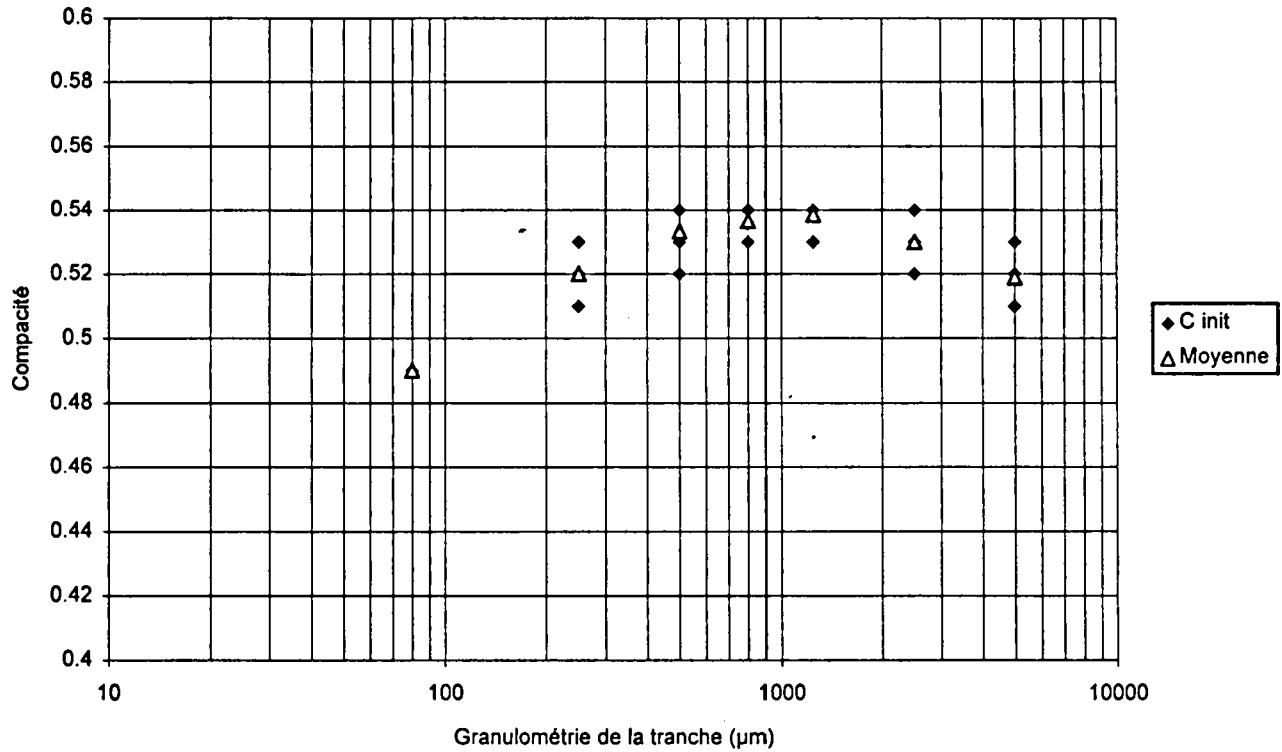


figure IV-13: Compacités initiales mesurées pour les différentes tranches granulométriques

On observe l'existence d'un extremum dans les valeurs moyennes des compacités initiales traduisant un arrangement optimal des grains à une maille que l'on peut estimer de l'ordre de 1000 μm . De part et d'autre la valeur décroissante traduit un arrangement plus lâche des grains. A partir de cette évolution des compacités initiales, on peut conclure que l'arrangement initial des grains évolue avec la granulométrie des tranches.

Pour les tranches de granulométries supérieures à 250 μm , les valeurs sont toutes comprises entre 0,52 et 0,54. Soit une valeur quasiment constante que l'on peut expliquer en assimilant les particules d'une tranche à un lot de sphères identiques, on montre alors simplement que le volume des vides est indépendant de la taille des sphères.

IV.3.3. Etude des apports énergétiques associés aux essais sur tranches

L'étude des relations entre apports énergétiques et pressions maximales présentée ci dessus fait apparaître qu'à pression maximale constante, l'apport énergétique semble identique quelle que soit la tranche considérée. Pour illustrer plus précisément ceci nous avons reporté sur la figure IV-14 les apports énergétiques correspondants à une pression maximale de 92MPa pour les différentes tranches testées.

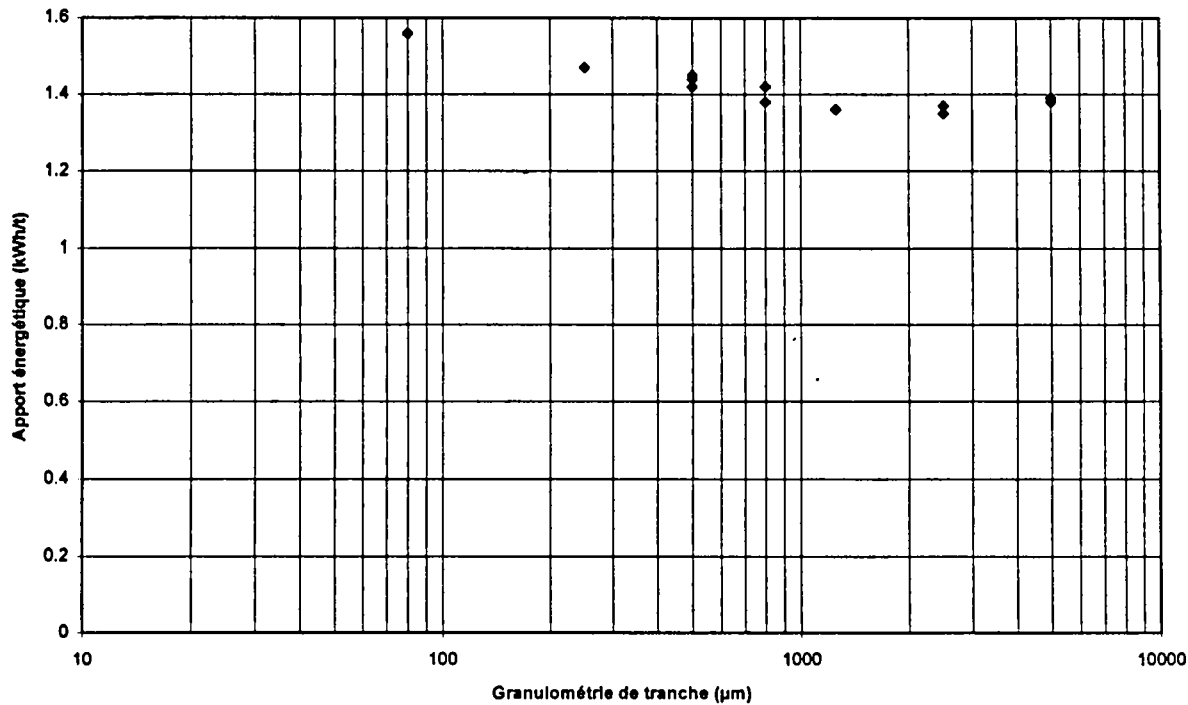


figure IV-14: Apports énergétiques en fonction de la granulométrie de la tranche pour une pression maximale de 92MPa

Les valeurs des apports énergétiques sont quasiment identiques pour les tranches de granulométrie supérieure à 800 μm , avec une valeur moyenne de 1.4 kWh/t. On note que cet apport croît pour les tranches de granulométries plus fines avec une valeur de près de 1,6 kWh/t pour la tranche 80-100 μm .

Une comparaison entre ces apports énergétiques et les compacités initiales présentées ci dessus fait apparaître une évolution inverse entre les deux grandeurs. Les apports énergétiques seraient donc essentiellement conditionnés par les possibilités de déformation du lit de particules qui sont directement fonction de la compacité initiale, la compacité finale n'intervenant que très peu. En effet, nous avons déjà noté que les relations pression compacité qui présentent une compacité finale plus faible possèdent systématiquement une pente plus grande et les deux effets se compensent lors de l'intégration menant au calcul de l'apport énergétique.

IV.4. Essais sur mélanges de tranches.

Nous avons constaté lors des essais sur tranches que les apports énergétiques correspondants aux essais jusqu'à une pression maximale de 92MPa étaient tous d'environ 1,4kWh/t. Par contre les apports énergétiques dans les essais effectués jusqu'à cette même pression maximale mais sur l'étendue granulaire de base 0-6300 μ m (plus large), sont de seulement 0.9kWh/t, soit une différence d'environ 50% à même pression maximale ! Or dans les broyeurs industriels, les produits broyés présentent une large étendue granulaire. Il était donc nécessaire d'étendre l'étude au cas des étendues et ne pas la restreindre aux seuls essais sur tranche comme c'est toujours le cas dans la littérature.

Dans un premier temps, de manière à mettre en évidence les phénomènes de base mis en jeux lors de la compression d'étendues granulaires plus larges, nous avons pris le parti de réaliser quelques essais sur de simples mélanges bimodaux de tranches.

Des mélanges ont été réalisés à partir de la tranche de base 5000-6300 μ m, par ajout de particules d'une tranche plus fine (50% en masse de chacun des composants). Les mélanges résultants sont :(5000-6300 μ m)+(2500-3150 μ m); (5000-6300 μ m)+(800-1000 μ m); (5000-6300 μ m)+(500-630 μ m); (5000-6300 μ m)+(250-315 μ m). Des essais de compression, dont les résultats sont donnés ci dessous (figure IV-15) ont été réalisés sur ces mélanges.

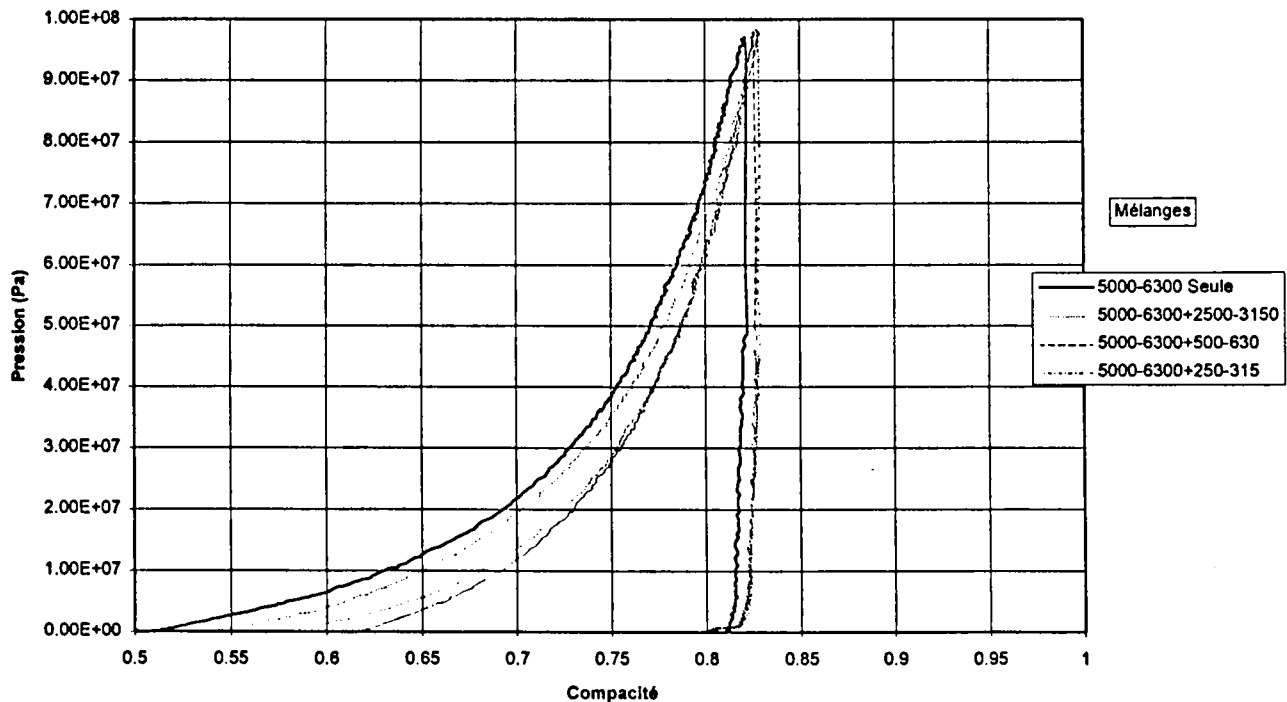


figure IV-15: Relations pression compacité des mélanges de tranches.

Nous remarquons d'emblée des différences importantes dans les compacités initiales, contrairement aux essais sur tranches unitaires où les valeurs étaient toutes identiques. Pour vérifier ceci, nous avons tracé sur la figure IV-16 l'évolution de la compacité initiale des mélanges en fonction de la maille du tamis inférieur de la tranche mélangée à la tranche de base 5000-6300 μ m.

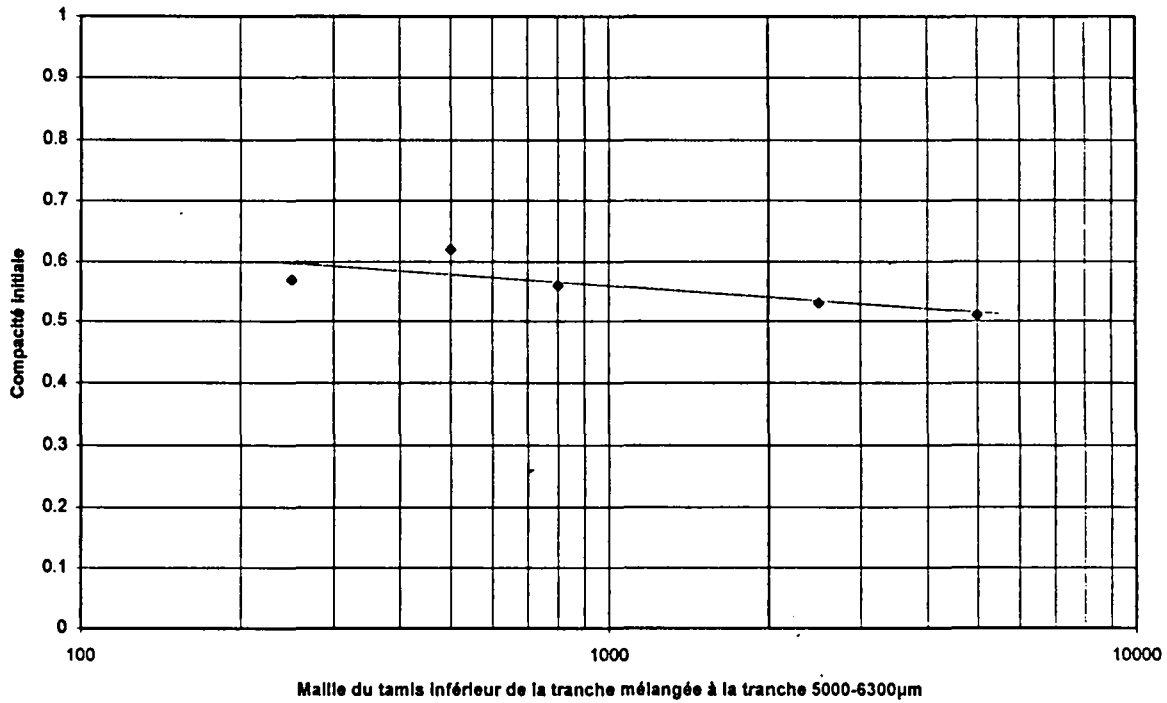


figure IV-16: Compacités initiales des mélanges de tranches.

La tendance de la compacité initiale est croissante lorsque la tranche mélangée devient fine. Nous en concluons que le pavage de l'espace s'optimise à mesure que la granulométrie le permet ce qui influence les possibilités de déformation du lit de particules. Nous pouvons dès lors nous demander quels effets ces fortes différences d'arrangement inter granulaire engendrent sur les apports énergétiques. C'est ce que nous montrons sur la figure IV-17, où nous avons représenté l'évolution des apports énergétiques en fonction du mélange.

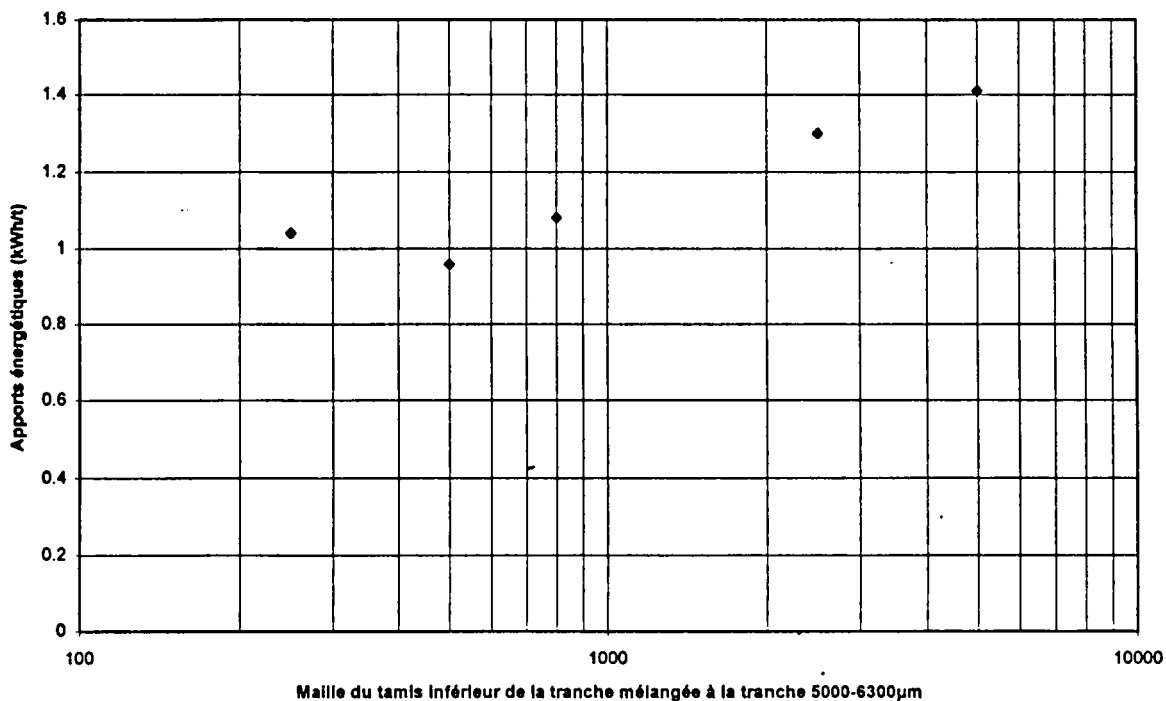


figure IV-17: Apports énergétiques à pression constante dans les essais sur mélanges de tranches.

La comparaison montre que les apports énergétiques varient exactement en sens inverse des compacités initiales. Les valeurs des compacités finales n'interviennent que très peu comme nous l'avons déjà montré.

Nous en concluons qu'à pression maximale constante, les apports énergétiques sont essentiellement fonction des possibilités de déformation du lit de particules. Plus la compacité initiale est importante (possibilités de déformations faibles), plus les apports énergétiques résultants sont faibles.

IV.5. Essais sur étendues granulaires.

L'objet de ce paragraphe est l'étude de la transition entre le comportement d'une tranche seule et celui d'une étendue granulaire large, plus conforme à la granulométrie des produits dans un broyeur industriel. Pour cette étude, nous avons réalisé des étendues granulaires de largeurs croissantes par criblage de notre base 0-6300µm à une maille de plus en plus fine. Les échantillons ont ensuite subi une compression jusqu'à une pression maximale de 92MPa. Nous donnons ci-dessous les résultats de ces essais.

IV.5.1. Etude des relations pression compacité dans le cas des essais sur étendues granulaires.

Nous présentons dans un premier temps les relations pression compacité des séries d'essais réalisées (figure IV-18 et figure IV-19).

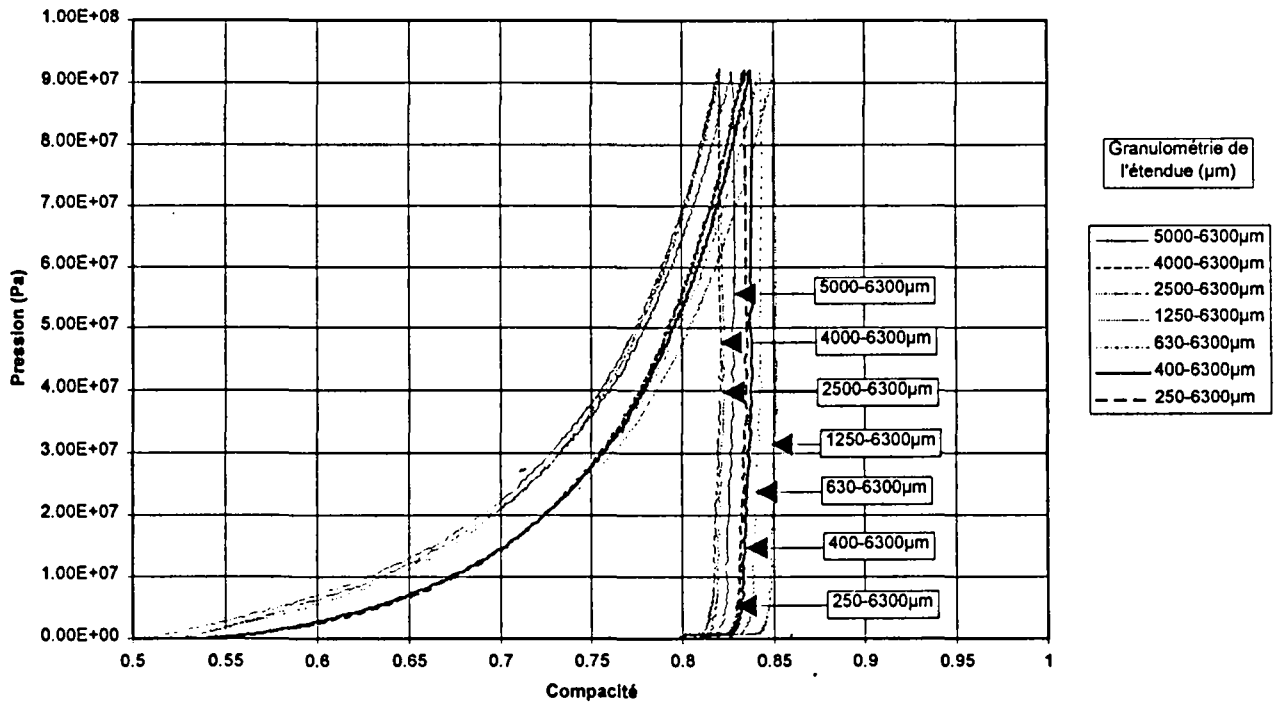


figure IV-18: Relations pression compacité pour les essais sur étendues granulaires

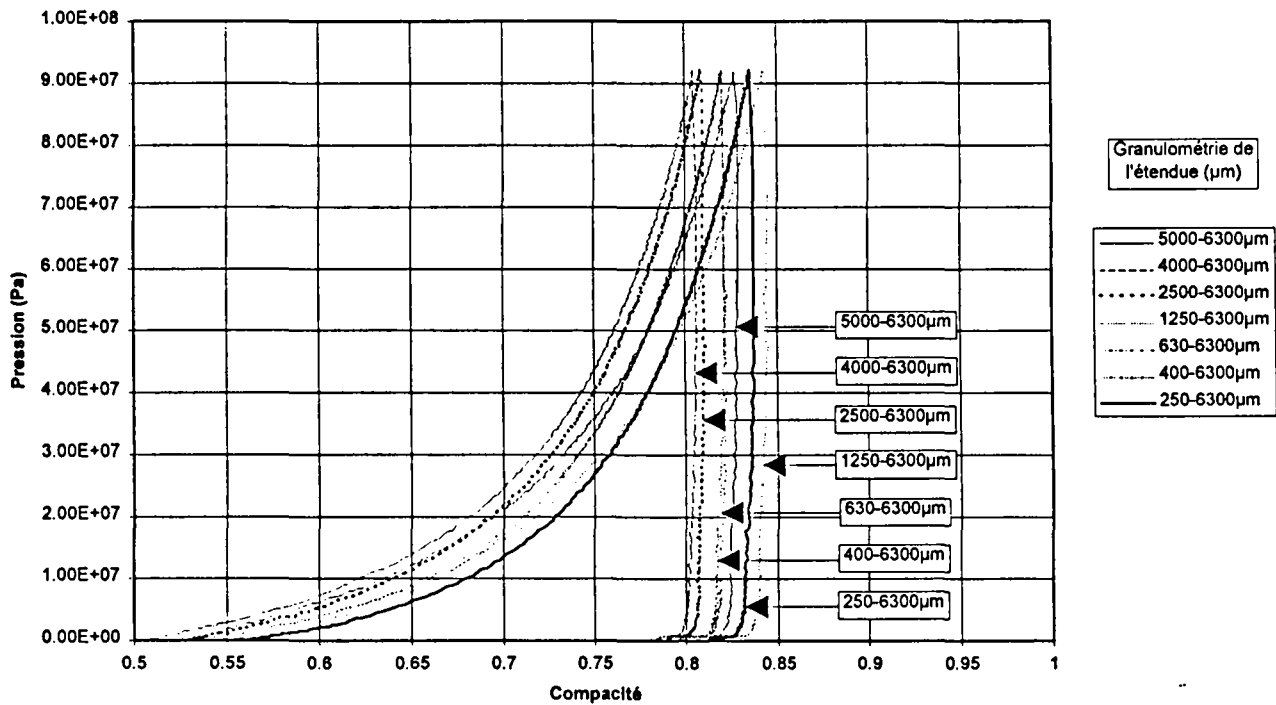


figure IV-19: Relations pression compacité pour les essais sur étendues granulaires, seconde série d'essais

Nous remarquons sur les courbes pression compacité associées à ces essais une évolution des compacités initiales qui traduit un remplissage du lit différent en fonction de la granulométrie. Ce type de représentation ne permet pas par contre d'identifier une tendance dans les valeurs.

Pour les compacités finales, nous retrouvons une dispersion identique à celle obtenue dans le cas des essais sur tranches et dont nous avons déjà montré qu'elle était de moindre influence sur le comportement et en particulier sur les apports énergétiques.

IV.5.2. Etude des compacités dans le cas des essais sur étendues granulaires.

Pour mettre en évidence une tendance dans les valeurs des compacités initiales, nous avons tracé sur la figure IV-20 leur évolution en fonction de l'étendue granulaire. Les compacités initiales sont données en fonction de la maille du tamis inférieur bornant l'étendue (la borne supérieure étant $6300\mu\text{m}$ dans tous les cas).

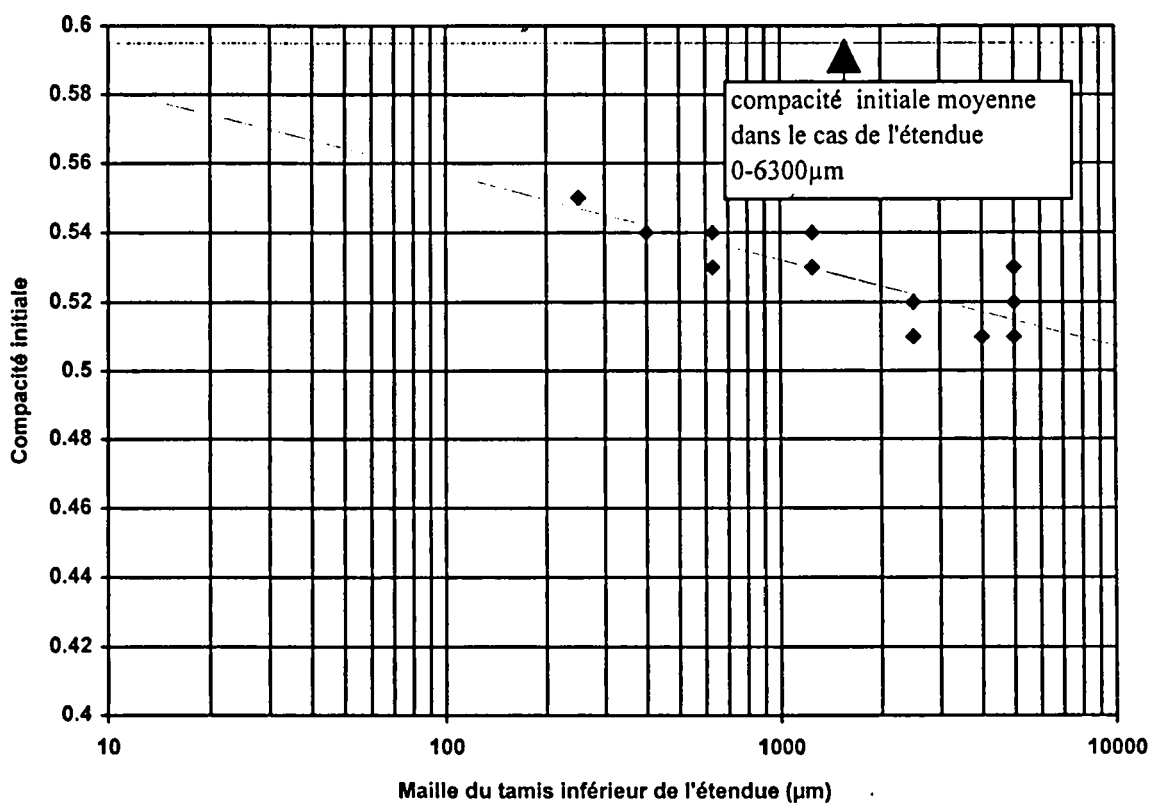


figure IV-20: Evolution des compacités initiales en fonction de l'étendue pour les essais sur étendues granulaires

Il apparaît que les compacités initiales sont d'autant plus grandes que les étendues granulaires sont larges. L'arrangement des grains s'optimise lorsque la granulométrie le permet. Les vides inter granulaires sont d'autant mieux remplis que l'étendue est large, c'est à dire qu'il existe une taille de grains à même de remplir un vide de taille donnée.

IV.5.3. Apports énergétiques associés aux essais sur étendues granulaires.

Nous présentons sur la figure IV-21 les apports énergétiques associés aux essais sur étendues granulaires. Ces apports énergétiques sont donnés en fonction de la maille inférieure de l'étendue granulaire, la maille supérieure étant 6300 μm dans tous les cas. Nous avons aussi reporté sur ce graphe l'apport énergétique moyen correspondant aux compressions sur une étendue 0-6300 μm jusqu'à une même pression maximale.

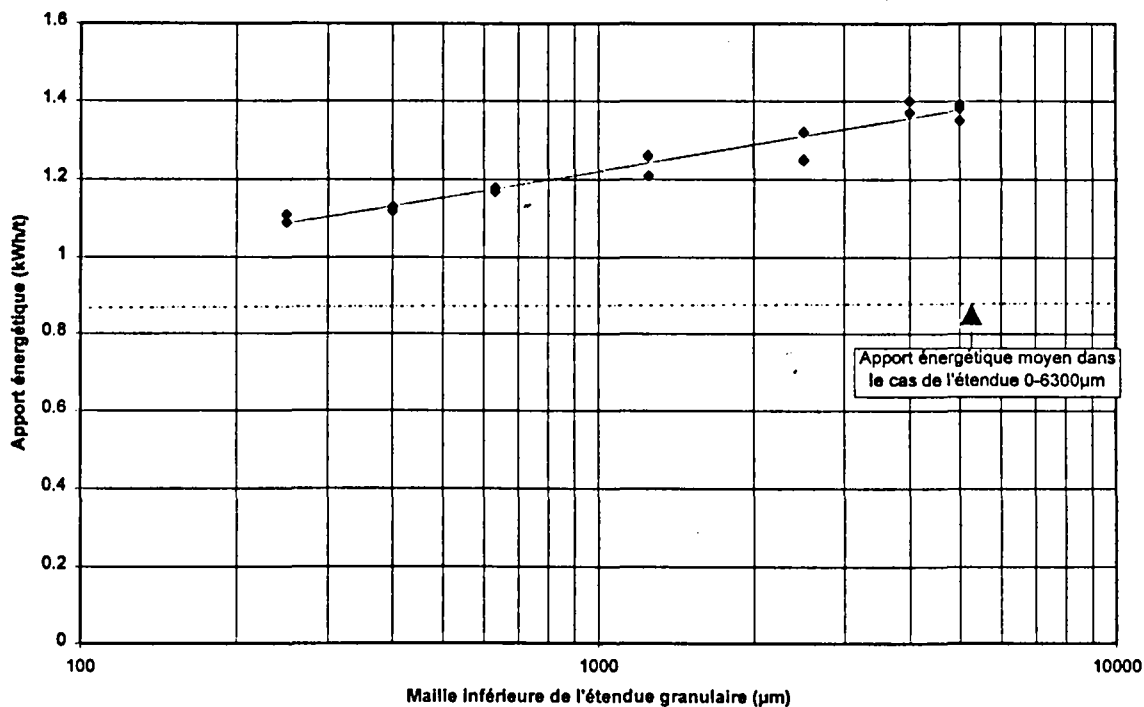


figure IV-21: Apports énergétiques en fonction de l'étendue granulaire pour une pression maximale de 92 MPa

Comme on pouvait le présager l'apport énergétique décroît fortement lorsque l'étendue granulaire devient large. Les apports énergétiques tendent vers la valeur mesurée dans le cas de l'étendue la plus large 0-6300 μm . Nous pouvons formuler la même conclusion que dans le cas des essais sur tranches et sur mélanges. Les apports énergétiques sont fonction des possibilités de déformations du lit de particules que traduisent les compacités initiales. Les apports énergétiques les plus faibles correspondant aux possibilités de déformations les plus faibles.

En conclusion nous dirons que la compacité initiale est un paramètre prépondérant dans la formulation de la relation pression compacité et par suite dans le calcul des apports énergétiques. Or la compacité initiale d'un assemblage de particules dépend non seulement de son étendue granulaire, mais aussi d'autres paramètres importants comme le faciès des particules ou encore la distribution granulométrique. C'est l'étude de l'influence de ce dernier paramètre que nous entreprenons maintenant.

IV.6. Essais sur étendues granulaires réelles

L'objet de ce paragraphe est de montrer l'influence de la distribution granulométrique sur le comportement. Pour ceci, des essais de compressions ont été réalisés sur différentes distributions d'une même étendue.

IV.6.1. Réalisation des distributions

Les distributions ont été réalisées à partir de l'étendue granulaire de référence 0-6300 μm . Pour ceci, une quantité de 0-6300 μm a été séparée en deux échantillons par criblage à une maille de 1000 μm . Nous avons ensuite réalisé différentes distributions en recomposant un 0-6300 μm à partir des échantillons de 0-1000 μm et 1000-6300 μm par variation de la proportion entre les deux constituants. Les proportions choisies sont 1 pour 4, 4 pour 1 et une intermédiaire 1 pour 1. La première correspond à peu de chose près à notre base de référence 0-6300 μm , la seconde est plus conforme à ce que l'on peut trouver dans un broyeur industriel avec une importante quantité de particules plus fines et une plus faible quantité de matériaux neufs pas encore broyés, la dernière sert à étudier la transition. On donne sur la figure IV-22 les distributions granulométriques générées dans le cas du calcaire de Gaurain.

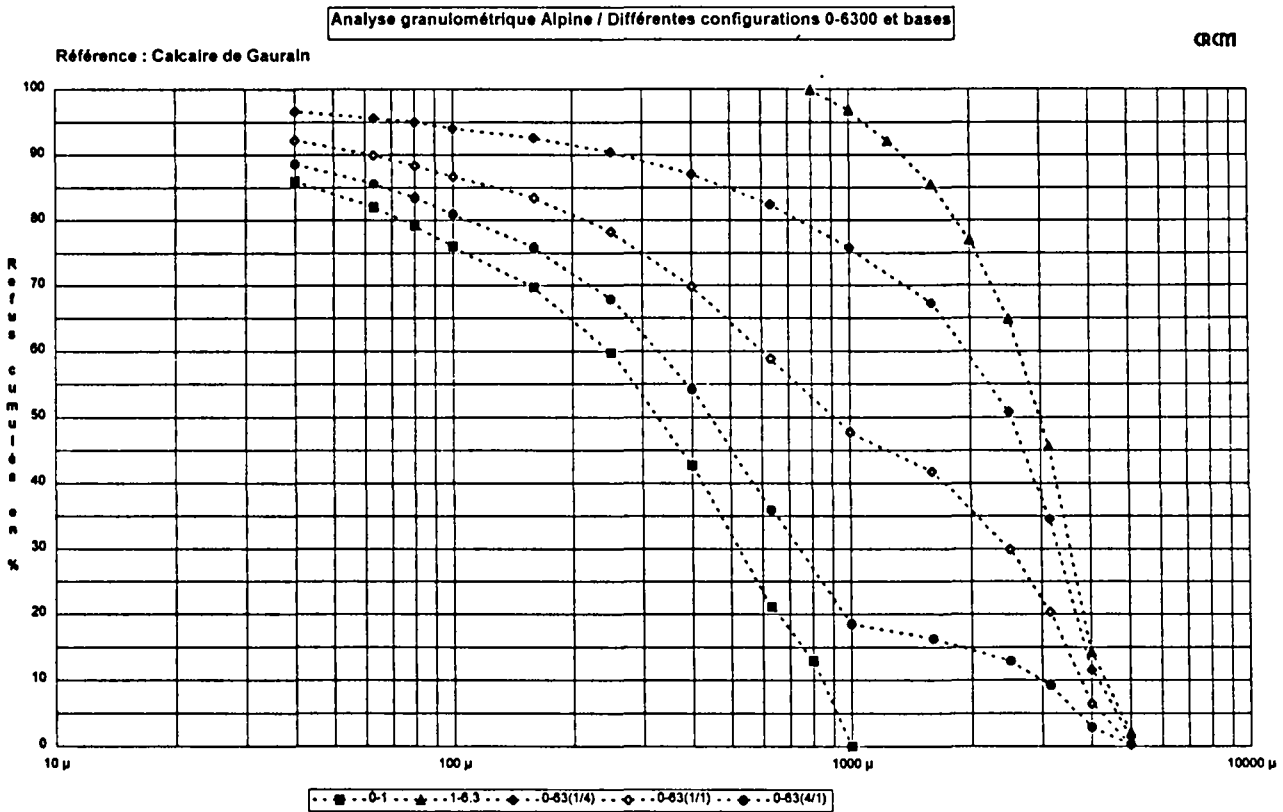


figure IV-22: Distributions granulométriques des différentes étendues 0-6300 μm testées

IV.6.2. Résultats des essais

Des essais de compression ont été réalisés sur les échantillons présentés ci dessus. Nous donnons ci dessous, figure IV-23, les relations pression compacité associées aux deux séries d'essais réalisées (essais doublés).

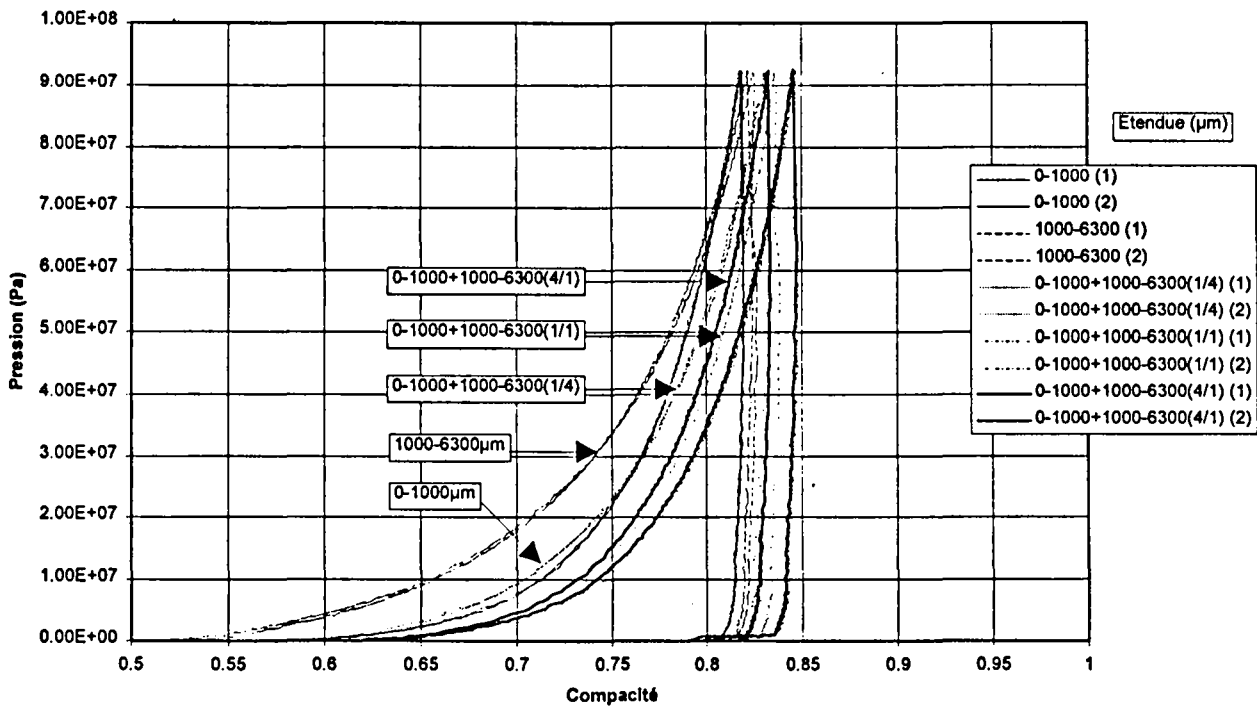


figure IV-23: Relations pression compacités des différentes distributions sur l'étendue granulaire 0-6300µm

Nous observons sur ces relations pression compacité des différences entre les compacités initiales plus importantes que dans les études précédentes. Nous atteignons des valeurs de 0.62 à 0.64 pour les étendues où les proportions de fines sont les plus importantes (cas des proportions 1 de grossier pour 1 de fines et cas 1 de grossier pour 4 de fines). Ceci est illustré sur la figure IV-24.

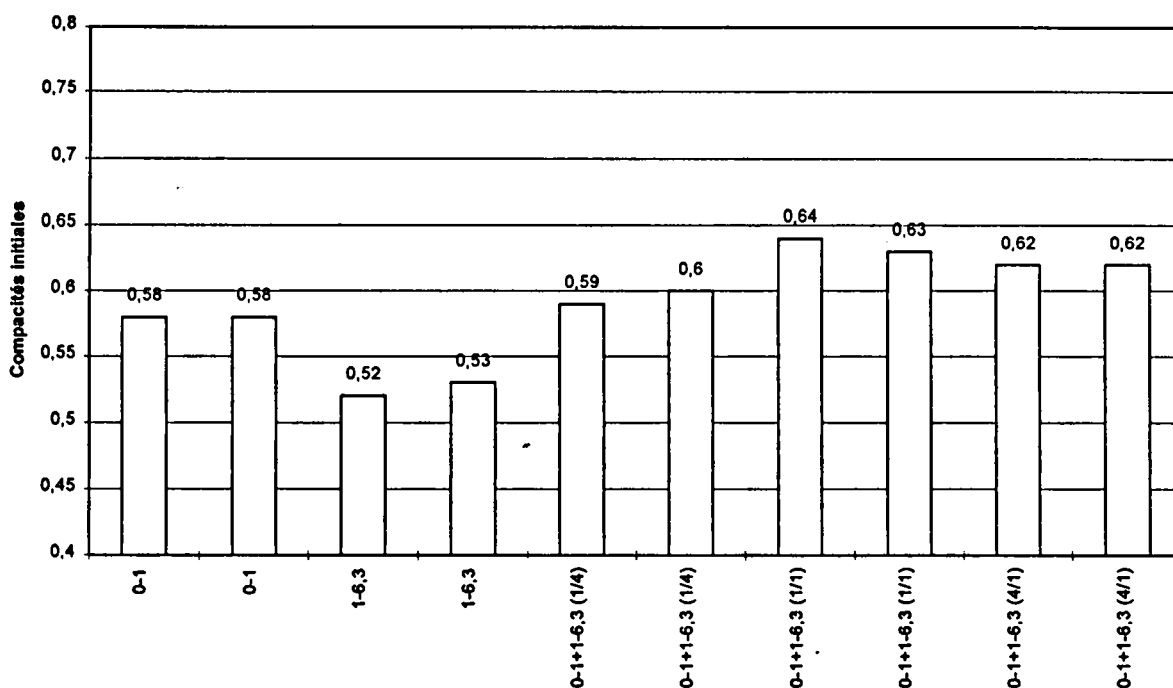


figure IV-24: Evolution des compacités initiales associés aux essais sur différentes distributions dans l'étendue granulaire 0-6300

Notons la valeur importante de la compacité initiale associée à l'étendue 0-1000 μ m. Nous obtenons dans ce cas une valeur de 0.58, supérieure à toutes les valeurs obtenues dans les essais sur étendues de largeurs croissantes. Ces étendues de largeurs croissantes avaient été obtenues par criblage à une maille donnée puis élimination de la fraction fine. Ce sont donc essentiellement les fines qui sont à l'origine des arrangements de grains les plus serrés. En effet l'étendue 0-1000 μ m possède par exemple une compacité initiale beaucoup plus importante que celle obtenue dans le cas de l'étendue 250-6300 μ m pourtant beaucoup plus large.

Nous confirmons cette remarque par l'étude des valeurs obtenues dans le cas de l'étendue 1000-6300 μ m. Les valeurs y sont comparables à celles que nous avons mesurées dans le cas des tranches seules. On peut en conclure que ce sont des vides inter granulaires de très petites dimensions qui conditionnent le plus la compacité initiale. En effet comme nous venons de le montrer, l'élargissement de l'étendue de 5000-6300 μ m à 1000-6300 μ m ne change quasiment pas la valeur de la compacité initiale; ce sont donc bien les particules fines qui conditionnent principalement la compacité initiale.

Ces différences importantes dans les compacités initiales induisent des changements importants dans les possibilités de déformation du lit de particules, ce qui n'est pas sans conséquences sur les apports énergétiques, conformément à ce que nous avons vu précédemment. Nous rapportons ces apports énergétiques sur la figure IV-25.

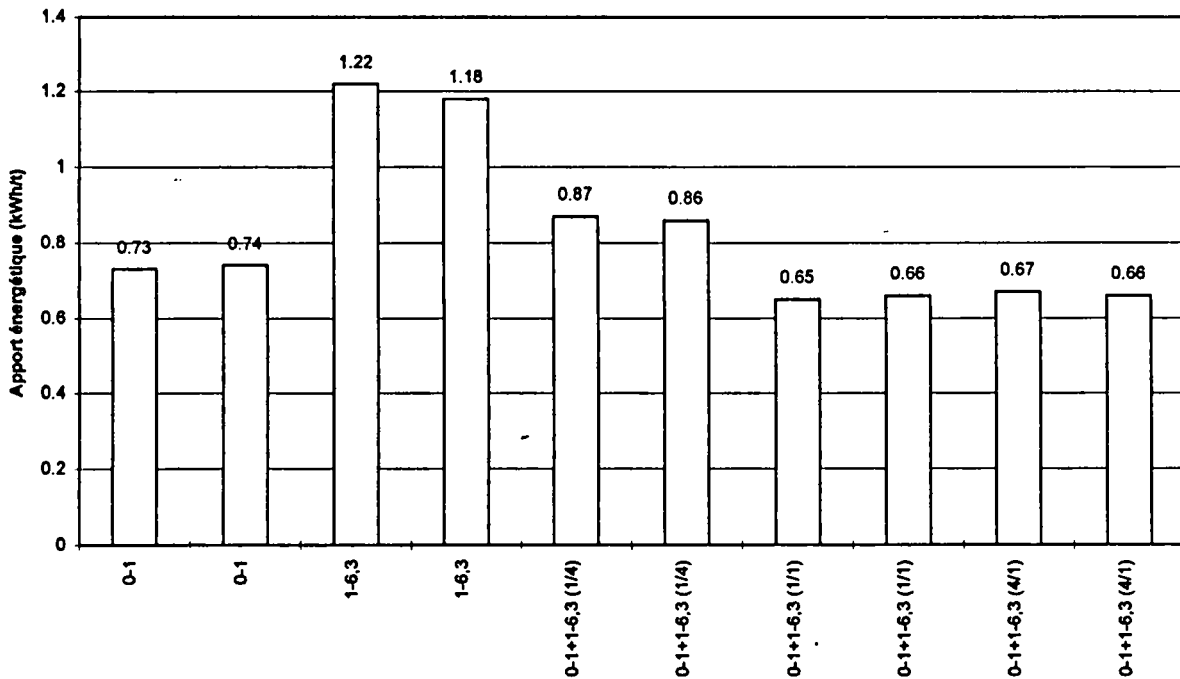


figure IV-25: Apports énergétiques associés aux essais sur différentes distributions dans l'étendue granulaire 0-6300 μ m, pour une pression maximale de 92Mpa

Conformément à ce que laissait présager les compacités initiales, nous enregistrons de fortes disparités dans les apports énergétiques. Ces différences importantes, aussi bien dans les relations pression compacité que dans les apports énergétiques montrent l'importance prépondérante de la granulométrie des produits sur la rhéologie des matériaux granulaires.

Les mêmes essais ont été réalisés sur deux autres matériaux, le mélange clinker gypse de l'usine de Trino en Italie et un porphyre. Si les résultats confirment ce qui a déjà été mis en évidence dans le cas du calcaire de Gaurain, la comparaison du comportement des trois matériaux n'a cependant pas été possible. En effet, si les étendues granulaires testées sont les mêmes, les distributions granulométriques sont différentes. Ainsi, pour identifier la relation pression compacité liée à la compression d'un matériau, la connaissance de l'étendue granulaire ne suffit pas. Il faut en plus connaître la distribution granulométrique qui à priori n'est pas connue lors du dimensionnement.

IV.7. Conclusions

Dans ce chapitre nous avons étudié la rhéologie d'un lit de matériau granulaire lorsqu'il est fortement comprimé. Le but recherché est la formulation d'une relation qui lie les contraintes aux déformations. Nous avons déjà montré l'importance de cette relation dans le dimensionnement des broyeurs industriels. La démarche retenue, pour mettre en évidence les phénomènes de base mis en jeu, a consisté à étudier la transition entre le comportement de tranches unitaires seules et celui d'étendues plus larges, plus représentatives des produits dans les broyeurs industriels.

Les résultats confirment la non représentativité des essais sur tranches unitaires. L'étude montre que la différence principale avec des étendues plus larges se situe dans les possibilités de déformations du lit de particules, ce qui modifie les apports énergétiques à pression maximale

imposée. Nous avons montré que c'est essentiellement la compacité initiale qui influence les possibilités de déformation, la valeur de la compacité finale n'intervenant que très peu. La compacité initiale apparaît donc comme un paramètre prépondérant dans la formulation de la relation pression compacité et par suite dans le calcul des apports énergétiques. D'où l'importance de la granulométrie initiale. En effet, la compacité initiale traduit le plus ou moins bon remplissage du lit, et les vides inter granulaires sont d'autant mieux remplis qu'il existe une taille de grains à même de remplir un vide de taille donnée.

Comme nous l'avons déjà souligné, le dimensionnement des broyeurs industriels impose une connaissance précise de la relation pression compacité du matériau comprimé. La formulation théorique d'une telle relation en fonction de la granulométrie semble pour l'heure difficile et ne donnerait qu'une prédiction imprécise dont le dimensionnement ne saurait se satisfaire. Le test de compression mis en oeuvre fournit un moyen simple de caractériser le comportement en compression du matériau. Malheureusement, comme le montrent les résultats de ce chapitre, la connaissance de l'étendue granulaire ne suffit pas. La distribution granulométrique influence aussi fortement le comportement rhéologique du matériau, et cette distribution n'est pas connue a priori lors du dimensionnement d'un broyeur. Une approche globale dans une installation de broyage pilote reproduisant à l'échelle un atelier industriel complet apparaît alors comme le moyen le plus adapté dans l'identification du comportement d'un matériau. On y tient compte de la plupart des phénomènes et en particulier la granulométrie réelle dans le circuit, mais aussi la dynamique des broyeurs, du frottement contre les surfaces de broyage et surtout du couplage des différents effets.

V. Chapitre 5 : Essais de multicompression

V.1. Position du problème

Jusqu'à présent, l'étude réalisée n'a concerné qu'une unique compression des produits. Les broyeurs de nouvelle génération développés par FCB (HOROMILL®, et RHODAX®) fonctionnent suivant le principe dit de « broyage par multicompression ». Plutôt que d'apporter l'intégralité de l'énergie en une seule compression de grande intensité comme c'est le cas dans les appareils de type presse à rouleaux (de l'ordre de 300MPa), l'apport énergétique s'effectue en un plus grand nombre de compressions de moins grande intensité (quelques dizaines de MPa). Ces compressions sont intercalées de désagglomérations créant d'importants réarrangements inter granulaires favorables à une nouvelle réduction granulométrique lors de la compression suivante.

C'est l'étude de cette nouvelle méthode de broyage qui fait l'objet de ce dernier chapitre. Les objectifs sont multiples : dans un premier temps, il faut mettre en place une méthodologie expérimentale qui doit permettre de simuler en laboratoire les phénomènes mis en jeu dans les processus de multicompression. Les réductions granulométriques obtenues lors du broyage par multicompression seront quantifiées et comparées à celles du broyage par compression classique.

Le point suivant concerne la rhéologie du lit de matériaux. En effet, nous avons montré dans le chapitre précédent que le comportement dépendait de la granulométrie des produits comprimés. Or dans le cas de la multicompression la granulométrie évolue entre les compressions successives. Il est donc nécessaire d'étudier l'évolution du comportement en fonction du nombre de compressions.

Enfin, nous étudierons l'évolution du comportement au broyage des tranches granulométriques en terme de refus dans la tranche initiale. Le but est de tirer des conclusions sur la validité de l'hypothèse de premier ordre dans le cas du broyage par multicompression. Ce qui constitue un préalable indispensable à la modélisation envisagée.

V.2. Méthodologie expérimentale

Le but de ce paragraphe est de proposer une méthodologie expérimentale adaptée pour simuler en laboratoire les processus physiques mis en jeu lors du broyage par multicompression. Rappelons dans un premier temps le fonctionnement des broyeurs étudiés :

Dans le cas de l'HOROMILL® représenté sur la figure I-4 du chapitre 1, le matériau alimenté latéralement est centrifugé par une virole dont la vitesse de rotation est supérieure à la vitesse critique de centrifugation. Il subit de quatre ou cinq compressions entre cette virole et un galet sur lequel la force de broyage est appliquée. Entre chaque compression, le matériau qui se présente sous la forme d'une croûte adhérant à la virole est raclé et retombe sur un système qui contrôle l'avancement de la matière et sa distribution sur la virole pour une nouvelle compression.

Dans le cas du RHODAX® représenté sur la figure I-5 du chapitre 1, le matériau alimenté par la trémie en partie supérieure est broyé entre un cône fixe et un anneau animé d'un mouvement de translation circulaire horizontale créé par des balourds synchronisés. Une fois broyé le matériau tombe par gravité plus bas dans la chambre de broyage avant de subir une nouvelle compression. Les matériaux subissent ainsi de quatre à cinq compressions lors de leur descente au travers de la zone de broyage.

De manière à simuler en laboratoire les phénomènes mis en jeu lors du broyage par multicompression, nous avons retenu la méthodologie expérimentale qui consiste à comprimer à plusieurs reprises une même quantité de matériaux avec, entre chaque compression, une désagglomération du matériau.

Les compressions ont toutes été réalisées jusqu'à une pression maximale de 92MPa. Cette valeur de la pression maximale correspond à celle estimée dans les broyeurs industriels de type HOROMILL®. Les valeurs estimées pour les broyeurs de type RHODAX ® sont beaucoup plus faibles, de l'ordre de la dizaine de méga pascals.

Nous avons réalisé des séries de 1,2,3,4,6,8 et 10 compressions. Nous pourrions ainsi vérifier l'évolution des phénomènes mis en jeu sur un plus grand nombre de compressions que celui estimé dans les broyeurs industriels, de l'ordre de cinq.

Nous avons également convenu d'une méthodologie expérimentale de désagglomération. Ne connaissant pas le niveau de désagglomération atteint entre deux compressions dans les broyeurs industriels et en vue d'effectuer une étude indépendante des spécificités techniques de chaque appareil, nous avons décidé d'effectuer une désagglomération totale des produits de la compression. Cette dernière a été réalisée dans un appareil de type « Turbula » déjà présenté au second chapitre. Le temps de désagglomération, fixé à dix minutes, est identique à celui utilisé pour désagglomérer les matériaux dans les essais précédents.

V.3. Réduction granulométrique dans les processus de multicompression

Des séries de 1,2,3,4,6,8 et 10 compressions ont été réalisées. A la suite de ces séries de compressions, des analyses granulométriques ont été réalisées. Nous constatons sur la figure V-1 (où nous avons représenté ces granulométries) que pour les nombres de compressions faibles (inférieurs ou égaux à quatre) nous obtenons par la méthode de multicompression de fortes réductions granulométriques contrairement aux tassements plus rapides des courbes granulométriques constatés lors des essais à une seule compression de grande intensité. Nous rappelons sur la figure V-2 l'évolution des granulométries des essais de mono compression sur l'étendue 0-6300 μ m réalisées à différentes pressions maximales. Pour mieux visualiser l'évolution des granulométries correspondant aux deux cas, nous avons représenté sur la figure V-3 les évolutions correspondantes des diamètres d50 et d80.

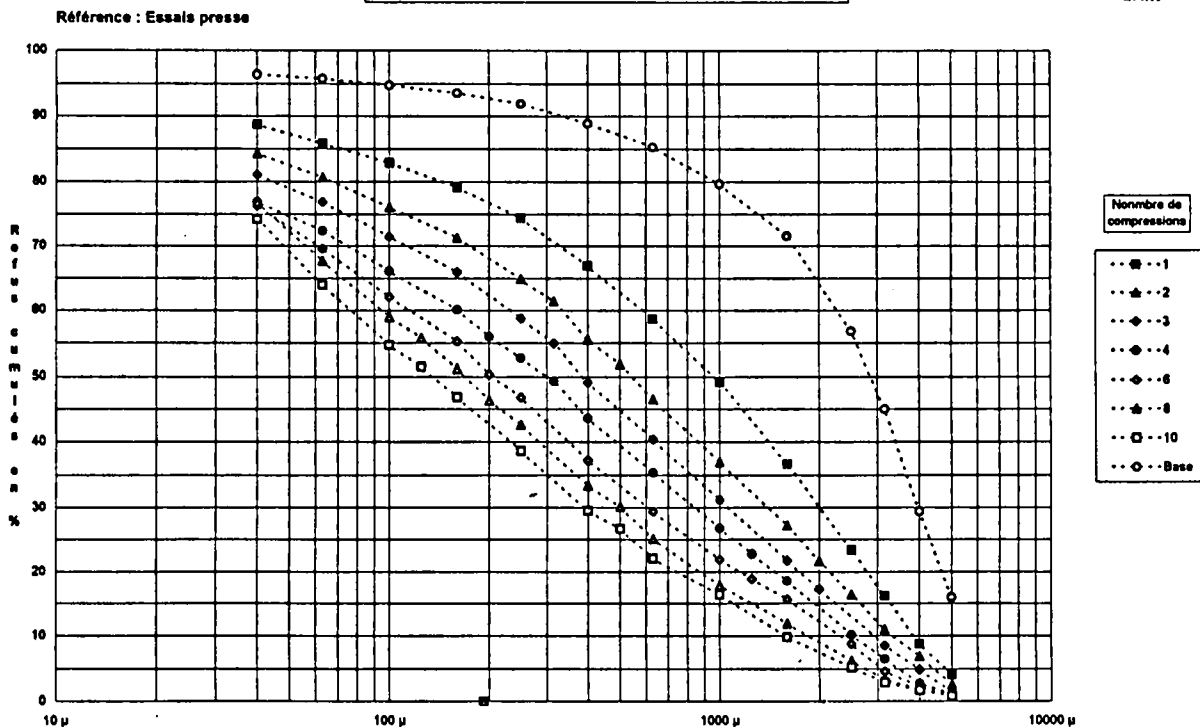


figure V-1: Evolution de la granulométrie lors d'un processus de broyage par multicompression

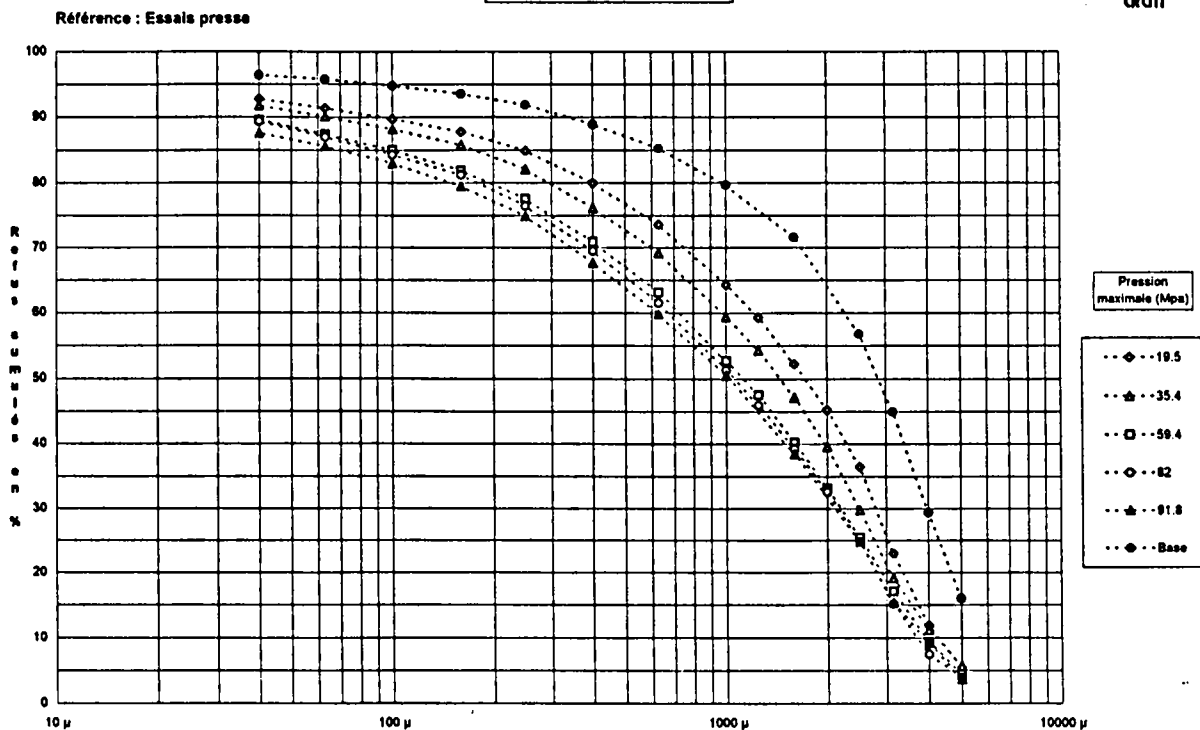


figure V-2: Evolution de la granulométrie pour une seule compression d'intensité croissante

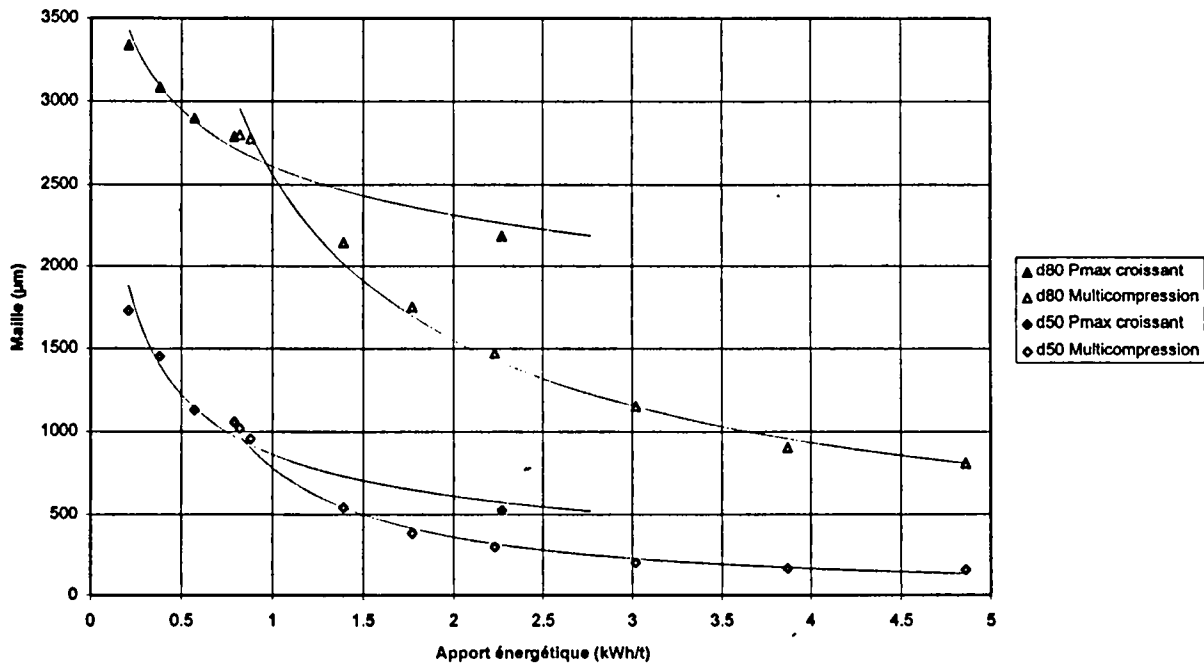


figure V-3: Evolution comparée des d50 et d80

Pour les deux modes de broyage nous constatons dans les évolutions de ces grandeurs une diminution progressive de la pente lorsque les apports énergétiques augmentent, ce qui correspond à une diminution progressive de l'efficacité de broyage. La diminution de la pente est néanmoins plus importante dans le cas des essais à une seule compression de grande intensité (broyage par compression classique).

Dans ce dernier cas, lorsque les pressions sont très élevées, du fait des ruptures de grains et des réarrangements granulaires, l'arrangement des grains dans le lit devient très serré. La distribution des forces sur les particules est moins favorable à la rupture de la particule qu'un nombre réduit de forces distribuées autour de la particule. Nous pouvons donc en conclure une diminution de l'efficacité du broyage avec l'augmentation de la pression maximale.

Dans le cas de la multicompression la désagglomération réalisée entre chaque compression aère le lit de particules et crée un nouveau réseau de contacts, moins dense, favorable à une nouvelle réduction granulométrique lors de la compression suivante.

Pour argumenter cette différence d'efficacité entre les deux processus. Nous avons représenté sur un même graphe (figure V-4) la granulométrie de l'essai de compression réalisé jusqu'à une pression maximale de 258 MPa, l'apport énergétique correspondant étant de 2,27 kWh/t et celle de la série d'essais de multicompression correspondant à quatre compressions (pression maximale de 92 MPa). L'apport énergétique cumulé est dans ce dernier cas de 2,23 kWh/t (hors énergie de désagglomération), soit une valeur quasiment identique.

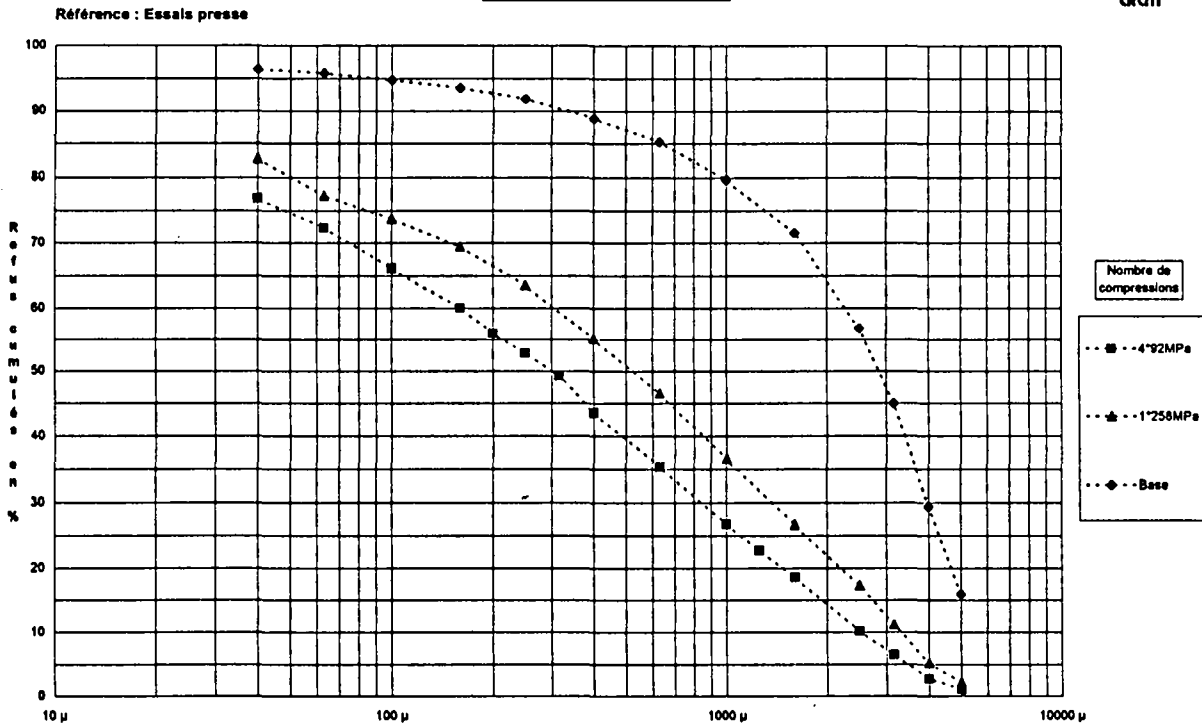


figure V-4: Comparaison des granulométrie à apport énergétique constant

Il apparaît alors qu'à apport énergétique constant la réduction granulométrique la plus importante est celle correspondant aux essais de multicompression.

Remarquons que la granulométrie correspondant à l'essai de compression réalisé jusqu'à une pression maximale de 258MPa est représentative d'une configuration « circuit ouvert », c'est à dire où il n'y a qu'une seule compression. On ne tient alors pas compte d'une éventuelle fragilisation des matériaux granulaires fortement comprimés (par une augmentation éventuelle du réseau des micro discontinuités). On ne récupérerait en effet les bénéfices de cette fragilisation que lors d'une seconde compression. Comme c'est le cas par exemple d'un prébroyage en amont avec une presse à rouleaux ou encore d'une presse à rouleaux en circuit fermé. Des travaux actuellement en cours au CRCM doivent à terme nous permettre d'estimer les modifications éventuelles de la broyabilité engendrée suite à une compression de forte intensité.

V.4. Evolution du comportement des matériaux

Nous avons montré dans le chapitre précédent que le comportement rhéologique était fortement dépendant de la granulométrie du produit comprimé. Or dans le cas de la multicompression la granulométrie du produit évolue entre les compressions. C'est l'étude de cette évolution du comportement qui fait l'objet des paragraphes qui suivent.

V.4.1. Apports énergétiques dans les essais multicompression

Les changements de granulométrie entre les compressions successives induisent des modifications de la relation pression compacité qui se traduisent par des changements dans les apports énergétiques à pression maximale constante. On donne sur la figure V-5 une illustration de l'évolution des apports énergétiques.

Ce qui est remarquable d'emblée, ce sont des différences importantes suivant la compression dans le cycle. Nous obtenons pour la première compression un apport énergétique de l'ordre de 0.9 kWh/t, pour la seconde il n'est plus que de 0.5 kWh/t. Puis contrairement à ce qu'il est naturel d'imaginer (diminution de l'apport énergétique à chaque compression supplémentaire), l'incrément d'apport énergétique se stabilise à une valeur constante de l'ordre 0.4 kWh/t à partir de la troisième compression. En représentation cumulée (figure V-6), ceci correspond à une relation quasi linéaire entre le nombre de compressions et l'apport énergétique.

Il s'agit là d'un autre aspect intéressant du broyage par multicompression. En effet, l'apport énergétique total est une fonction linéaire du nombre de compressions. Ainsi pour augmenter l'apport énergétique total, il suffit d'augmenter le nombre de compressions. Dans le cas du broyage par compression classique, l'augmentation de l'apport énergétique total impose une augmentation de la pression (figure V-7) avec tous les problèmes de tenue mécanique des matériels que cela suppose.

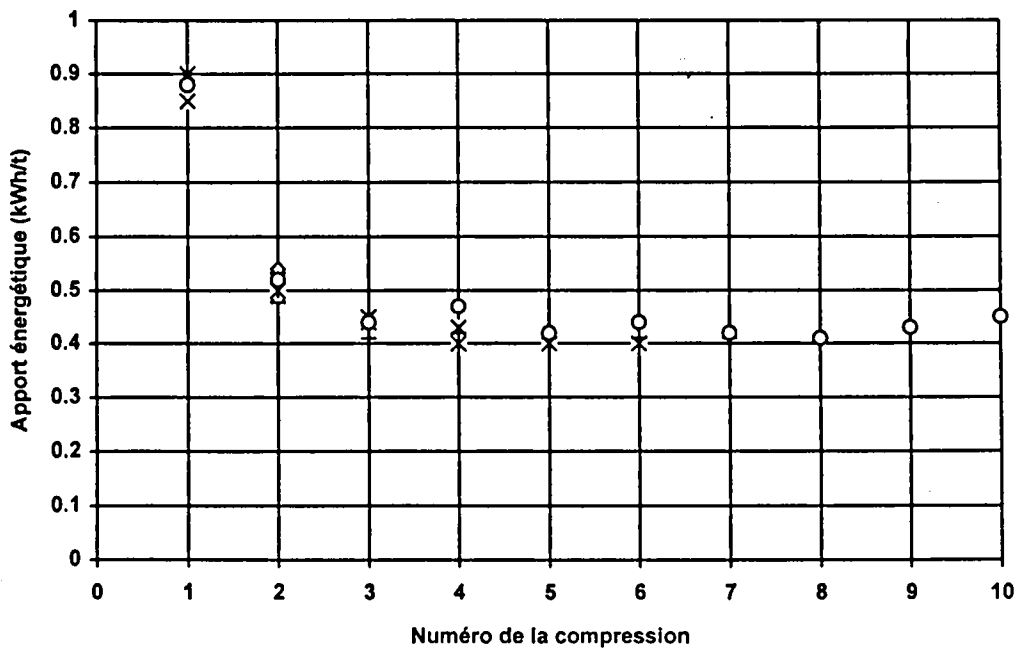


figure V-5: Apport énergétique en fonction de la position de la compression dans le cycle

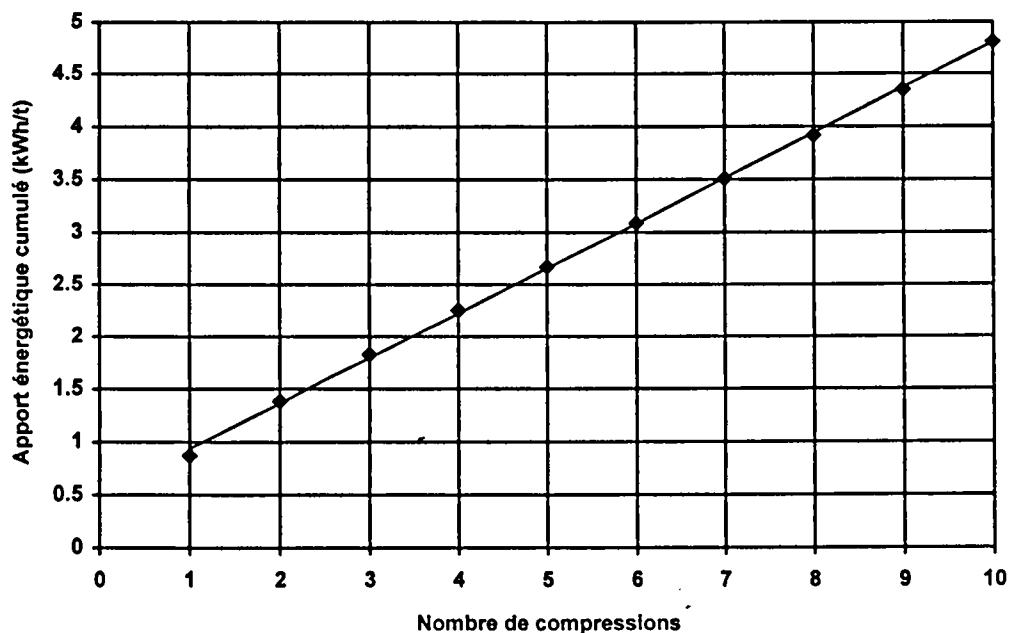


figure V-6: Apport énergétique cumulé en fonction du nombre de compressions

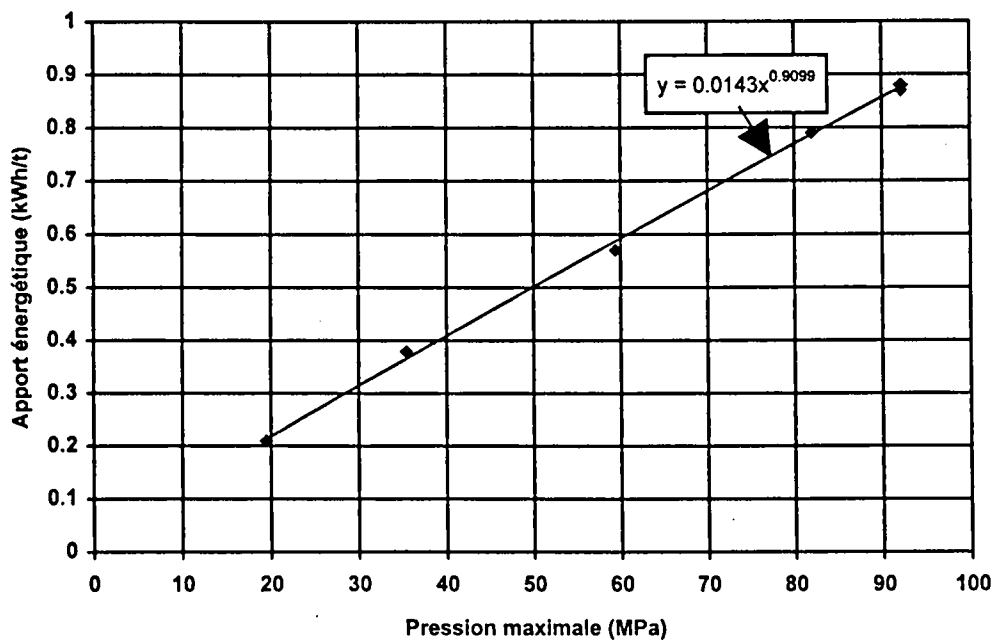


figure V-7: Apport énergétique à pression maximale croissante

A travers l'étude des apports énergétiques, nous montrons l'évolution du comportement entre les compressions du cycle. Une autre méthode, moins parlante, aurait été de présenter les relations pression compacité associées à un cycle.

V.4.2. Evolution des compacités dans les cycles de multicompression

Suite aux résultats obtenus dans les chapitres précédents, il semble opportun de chercher dans les possibilités de déformation du lit pour expliquer les différences d'apports énergétiques obtenues. Pour effectuer ces corrélations, nous rappelons sur la figure V-8 l'évolution des compacités initiales en fonction de la compression dans le cycle.

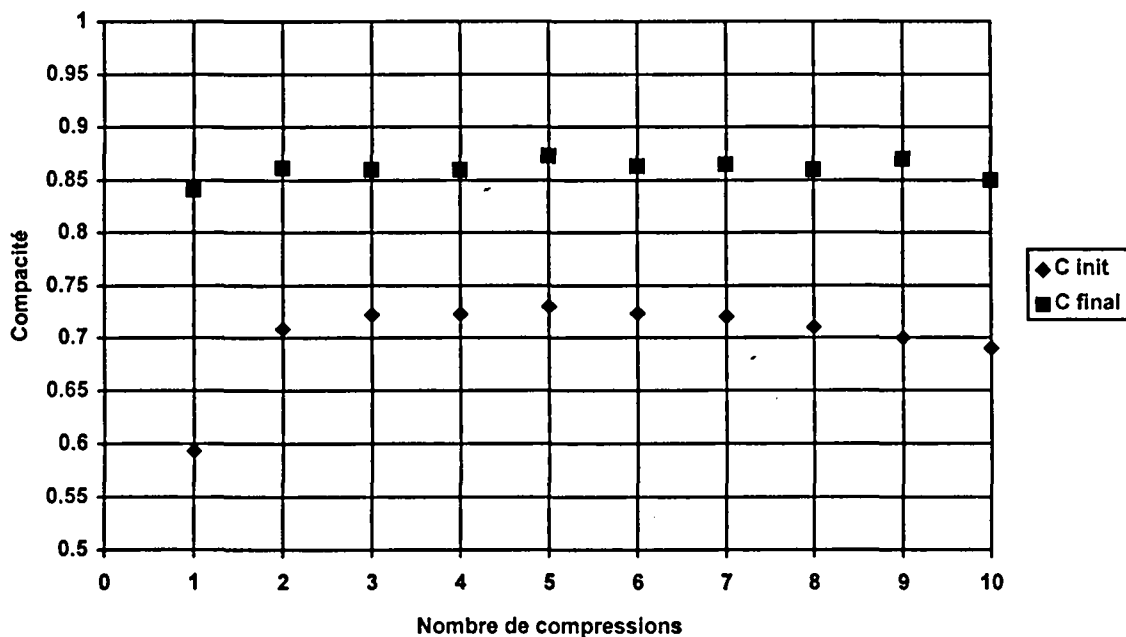


figure V-8: Evolution des compacités initiales et finales dans un cycle de multicompression

La compacité initiale augmente fortement après la première compression, puis se stabilise à une valeur quasi constante pour enfin décroître légèrement pour les nombres de compressions plus élevés (de l'ordre de 8 à 10). Nous retrouvons une évolution exactement inverse à celle des apports énergétiques, comme on peut le vérifier par comparaison avec la figure V-5. Conformément à ce que nous présagions les apports énergétiques sont d'autant plus faibles que les compacités initiales sont grandes (faibles possibilités de déformations du lit de matériaux).

Les différences de compacités initiales observées s'expliquent essentiellement par l'évolution de la granulométrie des produits entre les compressions du cycle. Lors des premières compressions, la proportion de particules grossières décroît rapidement. L'arrangement initial des grains se resserre et les possibilités d'arrangements inter granulaires sont optimales, c'est à dire la compacité initiale est maximale. Ces arrangements entre les grains vont de pair avec une réduction des possibilités de déformations, ce qui implique des apports énergétiques faibles. Si nous progressons encore dans le cycle (nombre de compression élevé), les granulométries présentent de plus en plus de fines, les possibilités d'arrangement entre les grains décroissent du fait du resserrement de la granulométrie et la compacité initiale décroît légèrement. Par suite les possibilités de déformation du lit sont légèrement plus importantes et les apports énergétiques augmentent aussi légèrement, comme on peut le constater sur la figure V-5.

Nous pouvons identifier un schéma similaire dans les essais réalisés sur des étendues granulaires identiques mais possédant des distributions différentes (essais présentés au quatrième chapitre). Les granulométries testées avaient été générées par mélange d'une quantité de 0-1000 μm avec une autre de 1000-6300 μm dans différentes proportions. Nous rappelons dans le Tableau 3 les compacités initiales et les apports énergétiques liés à ces essais.

Distribution	Compacité initiale	Apport énergétique (kWh/t)
0-1000+1000-6300 μm (1/4)	0.60	0.87
0-1000+1000-6300 μm (1/1)	0.64	0.65
0-1000+1000-6300 μm (4/1)	0.62	0.67

Tableau 3

La première granulométrie testée avait été générée par mélange d'une quantité de 0-1000 μm avec quatre de 1000-6300 μm (soit une majorité de particules grossières). Le passage d'une proportion de particules grossières de quatre pour un à un pour un (que l'on peut comparer à la disparition rapide des particules grossières dans les essais de multicompression) fait passer la valeur de la compacité initiale de 0.60 à 0.64. Nous pouvons donc en conclure une optimisation de l'arrangement initial des grains entre ces deux cas. Les possibilités de déformation s'en trouvent réduites et par suite les apports énergétiques sont plus faibles (Tableau 3). Si on diminue encore la proportion de particules grossières (passage à une proportion de particules grossières de un pour quatre de fines), la compacité initiale redescend à 0.62, l'arrangement initial des grains n'est plus optimal et l'apport énergétique augmente légèrement. Nous retrouvons bien un schéma analogue à celui observé dans le cas des essais de multicompression (ceci nous permet par analogie d'étudier les évolutions observées dans la multicompression).

Les modifications de la granulométrie du produit dans le cycle de multicompression induisent donc des changements de comportement importants. Ces changements sont essentiellement liés aux possibilités de déformation du lit que traduit la compacité initiale. Il serait dès lors intéressant de pouvoir exprimer la compacité initiale d'un assemblage de particules à partir de sa distribution granulométrique pour suivre l'évolution des relations pression compacité entre les compressions du cycle. Seulement, notre approche du problème et les différents travaux engagés en ce sens Ouchiyama et al. (1980, 81, 86, 88, 89) ne permettent pas, pour l'heure, une évaluation satisfaisante dans le cas des distributions étendues rencontrées dans les broyeurs industriels.

V.5. Linéarité dans les processus de broyage par compression et multicompression

Le problème posé est le suivant : au cours d'un processus de broyage par multicompression, le comportement au broyage d'une tranche granulométrique est-il indépendant de la présence des autres tranches ?

Nous avons déjà rappelé que la vitesse de disparition des matériaux dans une tranche granulométrique lors du broyage est proportionnelle à la quantité de matériaux présente dans cette tranche. Ce qui s'exprime sous la forme :

$$\frac{\partial M_i(t)}{\partial t} = -S_i M_i(t)$$

Où $M_i(t)$ est la quantité de particules présente dans la tranche granulométrique i à l'instant t , S_i le facteur de proportionnalité, homogène à des tonnes par kilowatt heure, représente la vitesse de disparition des particules de la tranche i . Lorsque l'hypothèse de premier ordre est vérifiée (S indépendante du temps), nous pouvons écrire une solution de l'équation ci dessus sous la forme :

$$\text{Log}_{10} \frac{M_i(t)}{M_i(0)} = -\frac{S_i t}{2.3}$$

L'évolution de $\text{Log}_{10} \frac{M_i(t)}{M_i(0)}$ en fonction du temps est une droite dont la pente permet le calcul de S_i .

La vérification de cette hypothèse dite de premier ordre constitue un préalable indispensable dans la modélisation. Il convient d'effectuer une vérification expérimentale de cette hypothèse dans le cas du broyage par compression puis du broyage par multicompression.

Nous ferons dans un premier temps un rapide rappel des méthodes utilisées pour vérifier cette hypothèse dans le cas des broyeurs de type réservoir, c'est à dire où il y a rétention de matériaux. Puis nous étudierons dans quelle mesure la méthode est transposable au cas du broyage par compression. Enfin, sur la base des résultats expérimentaux, nous concluons dans le cas du broyage par multicompression.

V.5.1. Vérification l'hypothèse de premier ordre

Une méthode simple utilisée pour vérifier l'hypothèse de premier ordre consiste à broyer une tranche granulométrique seule en mode batch, c'est à dire sans apport de matière au cours du broyage. On mesure la disparition des particules de la tranche initiale en fonction du temps. Dans le cas où on obtient une relation linéaire avec le temps, alors on peut conclure que l'apparition de particules plus fines ne modifie pas le comportement de la tranche initiale au broyage et on considère que l'hypothèse de premier ordre est vérifiée.

Avant d'aborder la vérification de l'hypothèse de premier ordre dans le cas du broyage par compression, nous devons préciser ce qui différencie ce mode de broyage des autres couramment mis en œuvre dans les broyeurs réservoirs.

Dans les différents broyeurs pour lesquels la vérification de la linéarité a été effectuée (broyeurs réservoirs), l'action globale de broyage est constituée d'une multitude d'actions de broyage élémentaires distribuées en intensité, dans l'espace et dans le temps (aspect statistique du broyage). Ces actions élémentaires peuvent être :

- des chocs entre des boulets dans le cas du broyeur à boulets
- des compressions entre des billes et une piste dans le cas du broyeur Hardgrove
- des compressions entre des galets et une piste dans le cas des broyeurs verticaux.

La mesure de la quantité de particules ayant quitté la tranche initiale est effectuée à partir de la réduction granulométrique globale réalisée par le broyeur pour un temps de séjour et pour des conditions de fonctionnement données (vitesse de rotation du broyeur, diamètre des boulets, etc.). L'apport énergétique considéré est celui fourni au broyeur auquel on soustrait les pertes mécaniques dues en particulier à la chaîne cinématique et aux frottements.

Dans le cas du broyage par compression (presse à rouleaux) la réduction granulométrique s'effectue en une seule compression de grande intensité par la compression déterministe continue d'un lit de matériaux entre les deux rouleaux. C'est la force appliquée sur ces rouleaux qui

conditionne principalement l'apport énergétique en un passage dans le broyeur et non pas la durée du séjour comme c'est le cas pour les broyeurs réservoirs. Notre première tentative de vérification de l'hypothèse de premier ordre se fera suivant la méthode de base. C'est à dire à partir d'essais en batch (essais de compression simple dans notre cellule) réalisés pour des apports énergétiques croissants (donc dans ce cas par augmentation de la pression maximale).

V.5.2. Etude de la linéarité du broyage par compression

La vérification a été effectuée sur la tranche granulométrique 5000-6300 μ m. On rappelle sur la figure V-9 l'évolution des refus dans cette tranche en fonction des apports énergétiques.

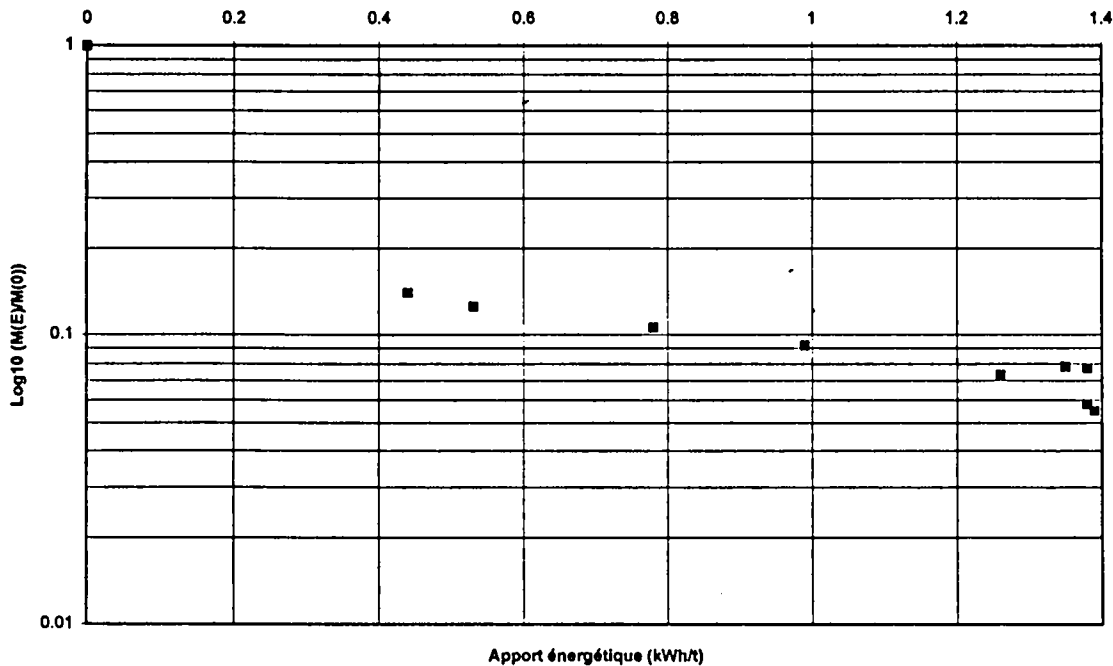


figure V-9: Evolution des refus dans la tranche initiale en fonction de la pression maximale

Il apparaît clairement que les points correspondants aux refus dans la tranche initiale ne sont pas alignés. L'efficacité du broyage diminue avec l'augmentation de la pression maximale. Nous avons déjà noté ce résultat au chapitre 3 pour toutes les tranches.

Pour préciser l'évolution de l'efficacité avec la pression maximale, nous avons représenté sur la figure V-10 les résultats en terme de « vitesses de broyage ». Cette vitesse, s'exprime à partir de la pente de la courbe d'évolution des refus. Nous nous sommes fixés comme convention de calculer la valeur de la vitesse de disparition à partir de la droite définie par l'origine (100% des matériaux dans la tranche initiale pour un apport énergétique nul) et le point correspondant aux refus à la fin de l'essai. Une autre solution aurait été de définir une « vitesse de broyage instantanée » associée à une pression maximale donnée.

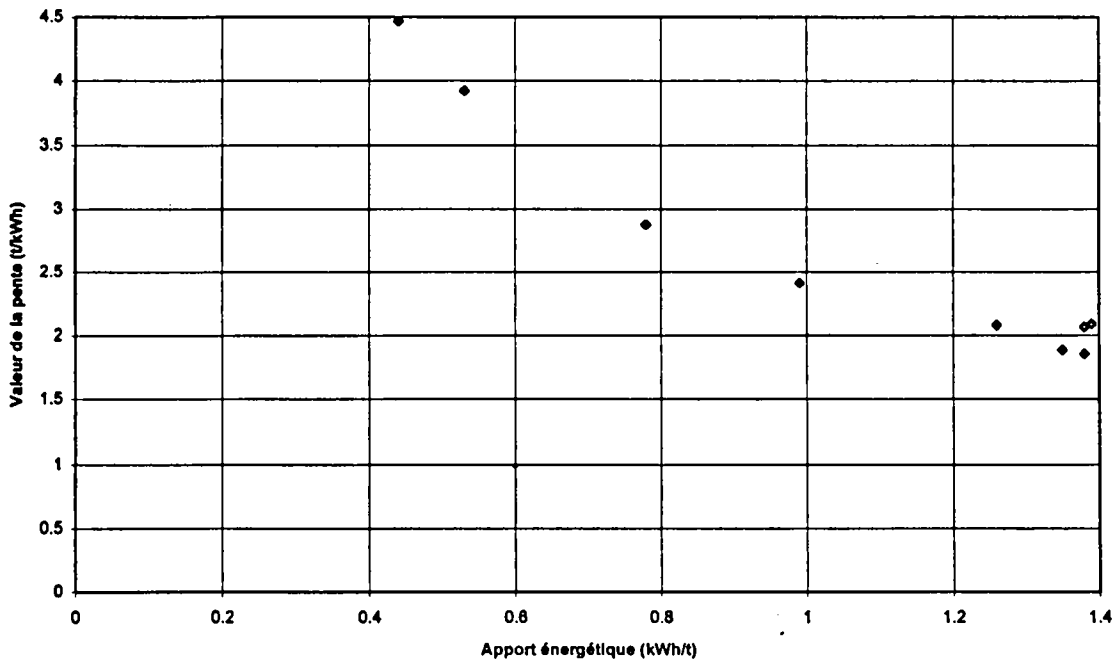


figure V-10: Evolution de la vitesse de disparition des particules de la tranche initiale en fonction de l'apport énergétique

Les valeurs de la vitesse de broyage diminuent fortement lorsque la pression maximale augmente. On passe de 4,5 t/kWh pour un apport énergétique de 0,44 kWh/t à une valeur de 2 t/kWh pour 1,4 kWh/t. Nous retrouvons dans ce dépouillement la diminution d'efficacité avec l'augmentation de la pression déjà constatée précédemment et que l'on peut expliquer comme suit : lorsque la pression maximale augmente, l'arrangement des grains devient plus serré du fait des ruptures de grains et des réarrangements inter granulaires. La distribution des forces sur les particules devient moins favorable à la rupture qu'un nombre réduit de forces concentrées et par suite l'efficacité de broyage diminue.

Ces résultats montrent que le broyage par compression d'une tranche unitaire n'est pas linéaire. Or nous avons montré que ce type de compression n'est pas représentatif de ce qui se produit dans un broyeur industriel : dans le cas de la compression d'une tranche seule on passe de la compression d'un lit de particules identiques dans les premiers instants du broyage à la compression d'une large étendue après que les grains aient commencé à se rompre. En outre, nous avons montré précédemment (chapitre 4) que le comportement rhéologique d'une tranche unitaire est différent de celui d'une étendue granulaire plus large. Pour vérifier l'hypothèse de premier ordre dans le cas du broyage par compression, il convient donc d'étudier une tranche lorsqu'elle est broyée au sein d'une distribution. Ceci fait l'objet des séries d'essais suivantes. Nous reprenons une série d'essais sur mélanges de tranches. On y étudie le comportement au broyage d'une tranche lorsqu'elle est broyée en présence d'une tranche plus fine.

Dans ces essais on impose en début d'essai une répartition des forces sur les particules différentes de celles des essais sur tranches seules. La répartition des forces s'exerçant sur les particules change avec la taille les particules mélangées. Plus les particules mélangées sont petites, plus le nombre des forces s'appliquant sur la particule est grand.

Les mélanges avaient été réalisés à partir de la tranche 5000-6300 μm , par ajout d'une tranche plus fine (50% en masse de chacun des composants). Les mélanges résultants étaient : (5000-6300 μm)+(2500-3150 μm) ; (5000-6300 μm)+(800-1000 μm) ; (5000-6300 μm)+(500-630 μm) ; (5000-6300 μm)+(250-315 μm). Des essais de compression, dont les résultats sont donnés sur la figure V-11, avaient été réalisés sur ces mélanges jusqu'à une pression maximale de 97 MPa.

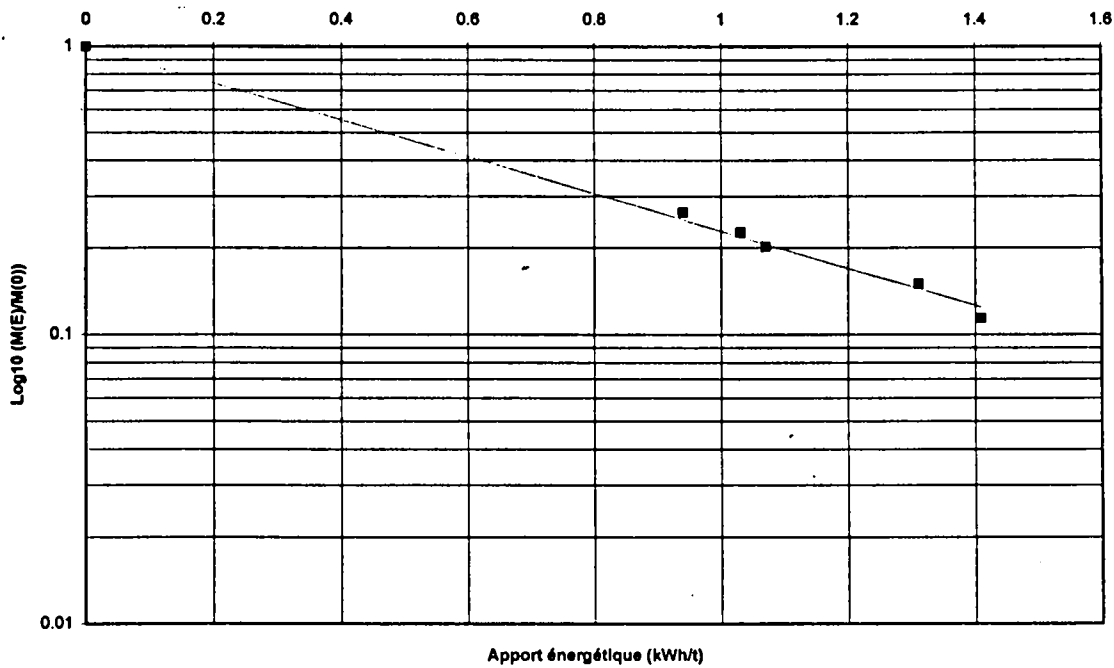


figure V-11: Evolution des refus dans la tranche initiale pour les essais sur mélanges

A pression maximale imposée, les apports énergétiques varient du fait des changements de comportement entre les différents mélanges, conformément à ce qui a été montré précédemment. L'évolution des refus en fonction de ces apports énergétiques, rapportée sur la figure V-11, fait apparaître une vitesse de broyage constante pour la tranche 5000-6300 μm . Pour illustrer ceci, on donne sur la figure V-12 l'évolution des valeurs de la vitesse de disparition en fonction de la tranche mélangée à la tranche de base 5000-6300 μm .

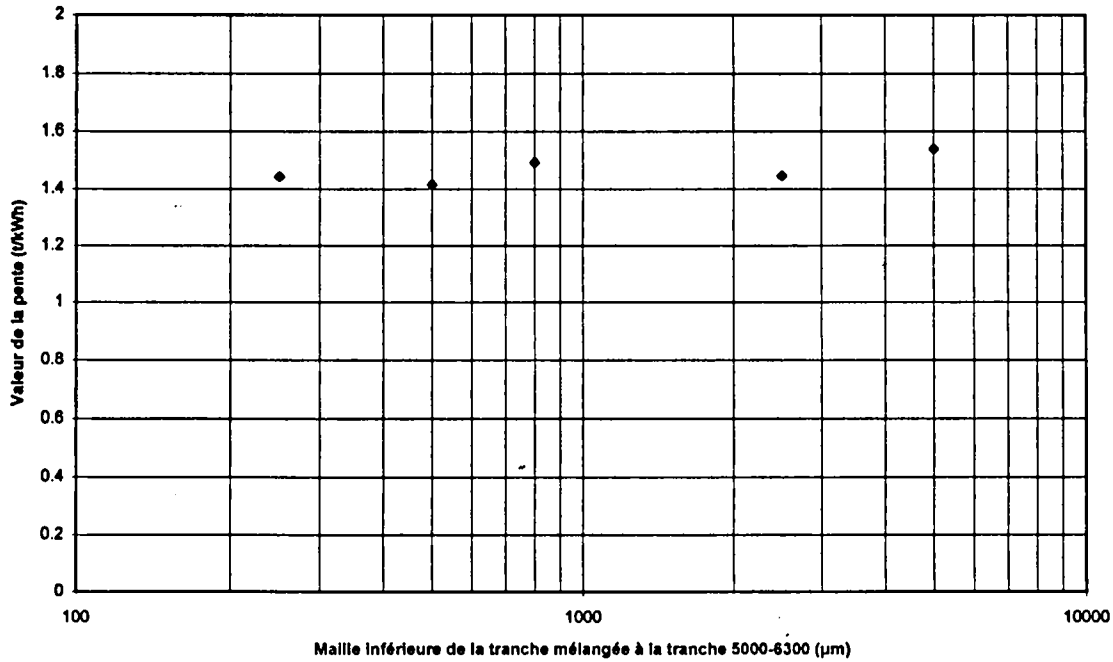


figure V-12: Evolution de la vitesse de disparition des particules de la tranche initiale lors des essais sur mélanges

Une démonstration telle que celle que nous venons de présenter, bien qu'intéressante, n'est pas totalement conforme à la réalité. En effet nous testons une tranche à partir d'essais réalisés sur des mélanges bimodaux et on peut imaginer qu'il puisse exister des différences lorsque cette tranche est testée au sein de mélanges polydispersés (tels qu'une distribution granulométrique 0-6300µm). Pour effectuer cette vérification, d'autres tests ont été réalisés sur la tranche 5000-6300µm. Mais cette fois au sein d'étendues granulaires larges, plus conformes à la granulométrie des produits dans les broyeurs industriels. Nous étudions la transition entre les comportements extrêmes, de la tranche unitaire d'une part à l'étendue granulaire la plus large d'autre part.

Les différentes étendues testées ont été réalisées par criblage d'échantillons de notre étendue de base 0-6300µm à une maille de plus en plus fine. Ces échantillons ont ensuite subi une compression jusqu'à une pression maximale de 92MPa. Nous donnons sur la figure V-13 les résultats de ces essais en terme d'évolution des refus dans la tranche 5000-6300µm.

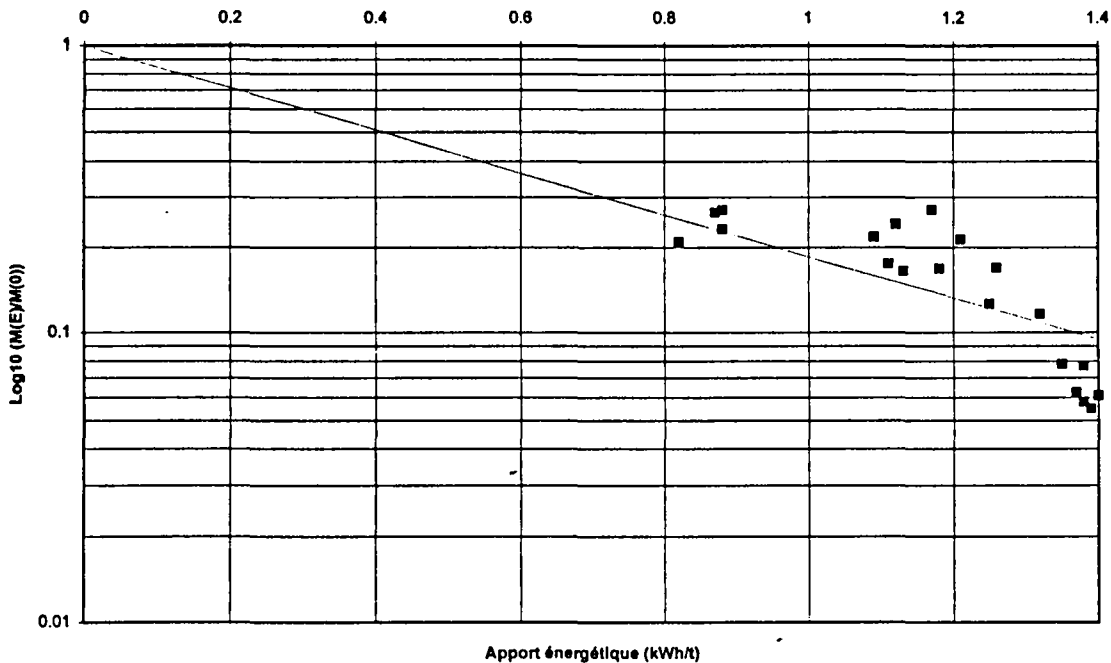


figure V-13; Evolution des refus dans la tranche initiale lors des essais sur étendues granulaires de largeurs croissantes

A pression maximale constante plus l'étendue comprimée est large (de la droite vers la gauche du graphique) moins les apports énergétiques sont importants. Cette diminution dans les apports énergétiques constitue la tendance majeure. A cette tendance s'ajoute une variation autour de la moyenne. Pour mieux visualiser la superposition des deux effets nous avons représenté sur la figure V-14 l'évolution de la vitesse de broyage en fonction de la maille inférieure des étendues testées (la maille supérieure est 6300 μ m dans tous les cas).

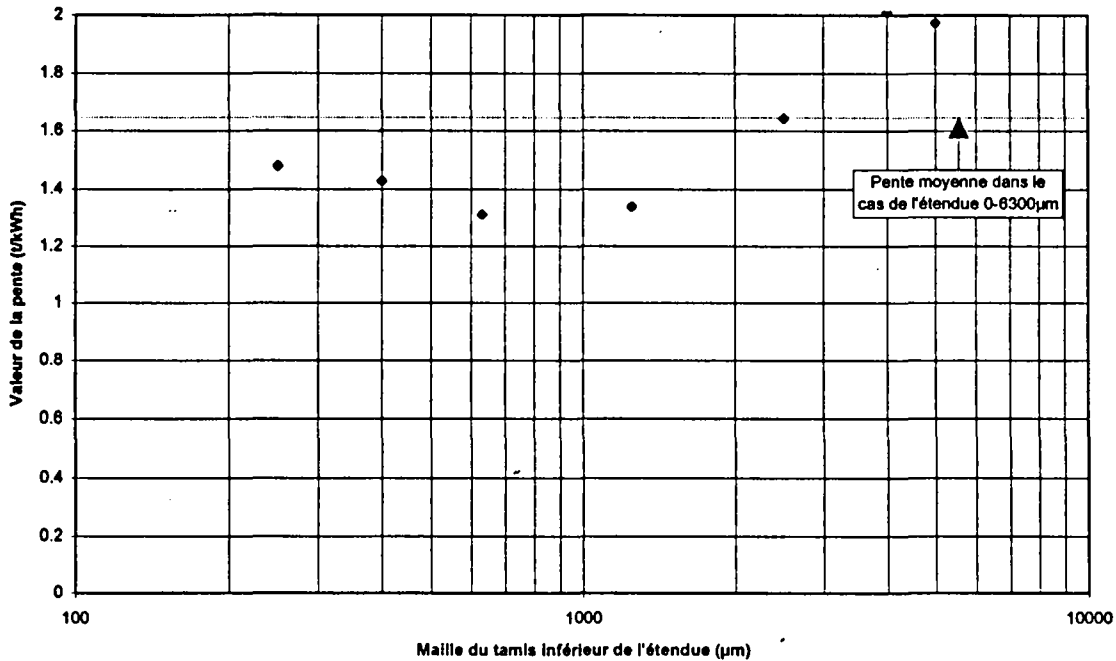


figure V-14: Evolution de la vitesse de disparition des particules lors des essais sur étendue granulaires de largeurs croissantes

D'une valeur élevée d'environ 2 t/kWh dans les cas des étendues 4000-6300µm et 5000-6300µm, on décroît progressivement à une valeur inférieure à 1,4 t/kWh dans le cas de l'étendue 4000-6300µm. Puis pour les étendues plus larges, on remonte vers une valeur identique à celle obtenue dans le cas de l'étendue la plus large 0-6300µm. Nous expliquons cette évolution de la pente autour de la valeur associée à l'étendue 0-6300µm comme la contribution de deux effets :

- Dans le cas des étendues les moins larges (points les plus à la droite du graphe), les particules constituant l'étendue sont toutes de la même dimension. Il s'en suit un nombre de force de contacts réduit sur les particules. Nous sommes alors dans un cas très favorable à la rupture des grains. Puis à mesure que l'étendue de la tranche devient large, nous nous éloignons de ce cas favorable, le nombre de forces appliquées à la particule devenant plus important (présence de fines qui combler les vides inter particulaires). D'où une tendance décroissante de l'efficacité avec l'augmentation de la largeur des étendues.
- Pour les étendues les plus larges (points les plus à la gauche du graphe), nous constatons une nouvelle augmentation de l'efficacité. En effet, nous avons montré précédemment qu'à pression maximale constante, les apports énergétiques diminuaient en élargissant l'étendue granulaire, parallèlement nous avons montré que l'efficacité du broyage augmentait en diminuant l'apport énergétique. Ainsi, on peut donc penser que c'est la contribution de ces deux effets qui est à l'origine de l'évolution constatée sur la figure V-14.

Relativement à la linéarité du processus de broyage par compression, nous n'obtenons pas ici la linéarité obtenue dans le cas des essais sur mélanges de tranches. La vitesse de broyage des particules d'une tranche est fonction de la granulométrie, le broyage d'une tranche dépend de la présence des autres tranches. L'hypothèse de linéarité n'est donc pas vérifiée dans le cas du broyage par compression classique (une seule compression) et on ne peut donc l'utiliser dans ce cas que comme une approximation grossière de la réalité du broyage.

V.5.3. Etude de la linéarité du processus de broyage par multicompression

Dans le cas des nouveaux broyeurs développés par FCB, les matériaux ont un temps de séjour qui ne se limite pas à celui d'une seule compression, contrairement aux presses à rouleaux que nous avons pris en exemple dans les paragraphes précédents.

Par exemple dans le cas de l'HOROMILL®, le matériau alimentant latéralement le broyeur est centrifugé et subit de quatre à cinq compressions avant de sortir du broyeur. Ainsi les matériaux ont globalement un temps de séjour dans le broyeur indépendamment du temps pendant lequel le matériau subit une compression. Nous pouvons donc considérer ce broyeur comme un broyeur de type réservoir.

Les résultats des essais de multicompression vont maintenant nous permettre d'effectuer la vérification de la linéarité dans le cas du broyage par multicompression. On donne sur la figure V-15 le résultat de ces essais en terme d'évolution des refus sur le tamis de 5000 μm entre les compressions successives de l'échantillon. La granulométrie initiale est dans tous les cas notre étendue de base 0-6300 μm .

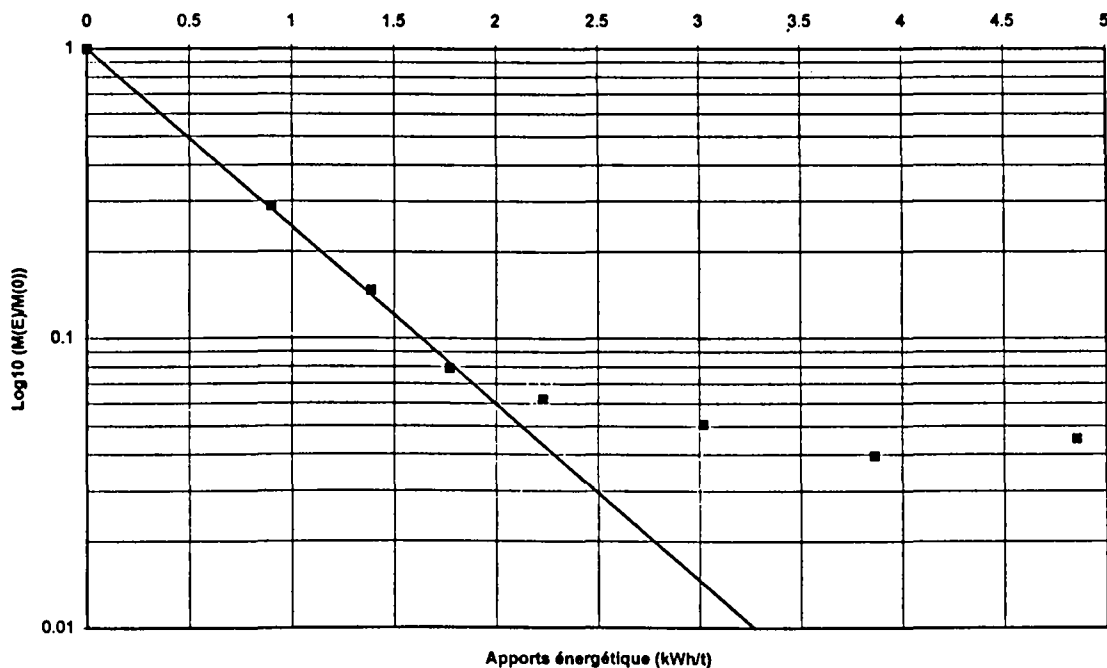


figure V-15: Evolution des refus dans la tranche initiale lors des essais de multicompression

L'évolution des refus est linéaire jusqu'à la troisième compression. On constate une déviation de la linéarité à partir de la quatrième compression. Pour cinq compressions (nombre maximum de compression estimé dans le cadre d'une application industrielle), nous obtenons un écart qui n'excède pas 3,5 pour cents. En fait même dans le cas d'un nombre de compressions plus élevé (6, 8 ou 10) l'erreur n'excède pas 5 pour cents comme on peut le constater sur la figure V-15.

Ces essais diffèrent légèrement de ceux qui se font habituellement dans le cas des broyeurs de type réservoir (comme par exemple les broyeurs à boulets) en ce sens que nous partons ici d'une étendue granulaire et non d'une tranche unitaire. Notons que, comme le souligne Austin et al. (1984) dans le cas d'essais batch en broyeurs à boulets, l'hypothèse du broyage d'une tranche unique n'est valable que dans les premiers instants du broyage. Ce qui est important c'est de suivre l'évolution des refus dans la tranche initiale avec l'apparition de particules fines.

En conclusion, dans la gamme qui nous intéresse directement pour une application industrielle (nombre de compressions inférieur ou égal à cinq), on peut considérer que la vitesse de disparition des particules n'évolue pas avec l'augmentation de la proportion de particules fines. Nous pouvons donc considérer comme valide l'hypothèse de linéarité du processus de broyage par multicompression.

V.6. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons présenté une méthodologie pour simuler en laboratoire le processus de broyage par multicompression utilisé dans les nouveaux broyeurs développés par FCB (HOROMILL® et RHODAX®). Les buts de ces essais étaient multiples. Il s'agissait dans un premier temps de montrer l'efficacité de ce processus de broyage. Puis d'étudier l'évolution des paramètres entre les compressions du cycle, en particulier la granulométrie et comme conséquence l'évolution des apports énergétiques. Enfin la seconde partie de cette étude de la multicompression concerne l'étude de la linéarité du processus, ce qui constitue un préalable indispensable à la modélisation envisagée.

Dans une étude comparative, nous montrons qu'à apport énergétique constant, la réduction granulométrique est plus importante dans le cas de la multicompression qu'avec une compression simple de plus grande intensité. Les résultats des essais réalisés sur mélanges de tranches et sur différentes étendues granulaires, montrent que les différences d'efficacité proviennent du nombre et de la répartition des contacts inter particulaires. Ainsi, à partir de ce résultat, la différence d'efficacité de broyage entre la compression simple et la multicompression peut s'expliquer comme la somme des deux effets suivants:

- D'une part, les pressions maximales sont différentes. Dans le cas des pressions très grandes (cas de la compression unique), du fait des réarrangements et des ruptures de grains, la distribution des contacts sur les particules devient moins favorable à la rupture.
- D'autre part, dans le cas de la multicompression la désagglomération aère le lit de particules et crée un nouveau réseau de contacts, moins dense, favorable à une nouvelle réduction granulométrique lors de la phase suivante de compression.

Un des objectifs de ce chapitre est de mettre en évidence la linéarité du processus de broyage par multicompression. Dans le cas du broyage par compression classique (une seule compression), la vitesse de disparition des particules d'une tranche évolue avec les apports énergétiques. La linéarité du broyage par compression simple n'est donc pas vérifiée. Les variations restent cependant faibles pour de légères modifications de la granulométrie des produits. La linéarité pourra donc être utilisée comme une approximation de la réalité. Il est par contre souhaitable, lors de la résolution du système d'équations régissant l'équilibre massique par tranches, d'utiliser une méthode de calcul qui tient compte de la non linéarité de l'évolution des refus avec les apports énergétiques.

Dans le cas de la multicompression, les broyeurs peuvent être assimilés à des broyeurs de type réservoir. Pour les premières compressions du cycle, la linéarité est vérifiée. On dévie de cette

linéarité pour les nombres de compressions plus importants (à partir de quatre). Néanmoins les écarts entre la tendance imposée par les premières compressions et les refus mesurés n'excèdent en aucun cas 5%. Pour le nombre maximal de compressions mesuré expérimentalement dans les broyeurs industriels, estimé à cinq, l'écart n'est que de 3,5%. Dans la gamme de compressions qui nous intéresse on peut donc considérer comme valide l'hypothèse de premier ordre.

Conclusions générales

La récente mise sur le marché des broyeurs basés sur le principe du broyage par compression a amené les constructeurs à répondre à de nouvelles interrogations scientifiques et a ouvert la voie à de nouveaux axes de recherche dans lesquels ce travail s'inscrit: L'optimisation du fonctionnement de ces nouveaux broyeurs et du procédé nécessitent en effet une meilleure compréhension des lois physiques mises en jeux lors de la compression des matériaux granulaires. Les deux questions principales concernent la rhéologie du lit de matériau et l'évolution de la granulométrie. Pour mener à bien cette étude, nous avons mis en oeuvre un dispositif et une méthodologie expérimentale pour simuler en laboratoire le broyage par compression. Des paramètres physiques permettant de mieux comprendre les mécanismes régissant les relations entre les contraintes et les déformations lors de la compression ont été identifiés. Le dispositif expérimental a aussi permis l'acquisition de données en vue d'une meilleure compréhension de la cinétique du broyage par compression.

L'approche retenue pour la modélisation future de l'évolution de la granulométrie des produits est basée sur la formulation de l'équilibre massique dans chaque tranche granulométrique. Pour identifier la cinétique de disparition des particules d'une tranche, des essais de compression sur différentes tranches granulométriques ont été réalisés. Le résultat important qui se dégage d'emblée est la non linéarité des courbes d'évolution des refus en fonction des apports énergétiques (contrairement aux broyeurs réservoir lorsque l'hypothèse de premier ordre est vérifiée). Ces essais ont aussi permis de mettre en évidence des différences importantes entre les relations pression compacité associées d'une part aux essais sur tranches unitaires et d'autre part sur des étendues granulaires plus larges. Nous montrons ainsi que le comportement rhéologique des tranches n'est pas identique à celui des étendues granulaires plus larges. L'analyse des processus élémentaires montre en fait que la cinétique du broyage mise en jeu lors la compression déterministe d'un lit de matériaux n'est pas assimilable à celle dans un broyeur réservoir. Dans le cas de la compression d'un lit de matériaux, l'apport énergétique et donc l'action globale de broyage dépendent de la rhéologie du lit qui change au cour de la compression. L'identification des paramètres des fonctions de broyage ne peut donc pas se faire directement à partir de la méthodologie des essais sur tranches.

Un autre point important concerne l'étude de la relation entre les contraintes et les déformations lors de la compression des matériaux granulaires. Les essais réalisés montrent que cette relation et les apports énergétiques qui s'en déduisent dépendent fortement de l'étendue granulaire du produit. La granulométrie initiale apparaît comme un paramètre prépondérant dans le comportement rhéologique du lit de particules et par suite dans l'évaluation des apports énergétiques. Ce que corroborent les observations industrielles. Le test de compression mis en oeuvre fourni un moyen simple de caractériser la relation pression compacité. Malheureusement, la connaissance de l'étendue granulaire ne suffit pas. La distribution granulométrique influence aussi fortement la rhéologie du matériau, et la distribution n'est pas connue a priori lors du dimensionnement d'un broyeur. Une approche globale dans une installation de broyage pilote reproduisant à échelle réduite un atelier industriel avec la plupart de ses composantes apparaît dès lors comme le moyen le plus adapté dans l'identification du comportement d'un matériau. On tient compte dans ce cas de la granulométrie réelle dans le circuit, mais aussi d'autres phénomènes complexes à modéliser comme: la dynamique des broyeurs, la cinématique réelle des matériaux dans le broyeur, ou encore le frottement contre les surfaces de broyage et surtout le couplage de tous les effets.

Le dispositif mis en oeuvre a aussi permis d'aborder l'étude de la multicompression dont nous montrons l'intérêt dans une étude comparative. A apport énergétique constant, la réduction granulométrique est plus importante dans le cas de la multicompression qu'avec une compression simple de plus grande intensité. Contrairement au cas du broyage par compression classique (une

seule compression), ou la linéarité n'est pas vérifiée, les broyeurs basés sur la multicompression, peuvent être assimilés à des broyeurs de type réservoir et la linéarité est vérifiée pour les premières compressions du cycle. On peut considérer comme valide l'hypothèse de premier ordre et transposer la méthodologie de modélisation couramment utilisée pour les broyeurs réservoirs. Ce point constitue la principale perspective de ce travail.

Si ce travail a permis de mettre en évidence les mécanismes de base mis en jeu lors de la compression d'un matériau granulaire. Par contre dans le cadre d'un projet industriel, la caractérisation d'un matériau que ce soit vis à vis de sa rhéologie ou de l'évolution de sa granulométrie, l'essai de laboratoire ne saurait se substituer à un essai dans une installation pilote reproduisant toutes les composantes du processus de broyage, du procédé et leurs interactions. Des installations de ce type existent au CRCM et sont d'ores et déjà couramment utilisées dans le cadre de projets industriels. Deux autres installations du même type mais plus petites sont cours d'étalonnage et vont permettre des essais du même type mais sur des quantités de matériaux moins importantes (quelques centaines de kilogrammes de matériaux).

Table des illustrations

figure I-1: broyeur fonctionnant par chocs (Prasher, 1987)	4
figure I-2 : broyeur par compressions (Prasher, 1987)	4
figure I-3: Principe de la presse à rouleaux.....	5
figure I-4: Vue éclatée d'un HOROMILL®.....	6
figure I-5: Schéma du RHODAX ®.....	6
figure I-6 :Evolution de la pression dans une presse à rouleaux d'après Lubjuhn et al. (1994).....	10
figure I-7 : Cellule oedométrique.....	11
figure I-8 :Influence du matériaux sur la relation pression compacité.....	13
figure I-9 :Influence du matériau sur les apports énergétiques	13
figure I-10: Broyeur de type Hardgrove (Norme AFNOR, 1983).	16
figure I-11: Distribution des temps de séjours dans un broyeur à boulets.....	20
figure I-12: Linéarité du processus de broyage.....	22
figure I-13: Linéarité d'une tranche au sein d'une distribution granulométrique.	23
figure I-14: Variation de la fonction de sélection avec la granulométrie.....	23
figure I-15: Variation de la fonction de sélection avec la taille des boulets.	23
figure I-16: Transformation d'une fonction de broyage normalisable.	24
figure I-17: Identification des paramètres de la fonction de broyage	25
figure I-18: Résultats expérimentaux et de modélisation sur une étendue granulaire de minerai de Rammelsberger.	28
figure I-19: Représentation des fonctions de broyage (Fuerstenau et al., 1991).....	28
figure I-20 :évolution des refus dans la tranche initiale, Liu et al. (1994).....	30
figure I-21 :évolution des paramètres, Liu et al. (1994)	30
figure I-22 :résultats de modélisations de Liu et al. (1994)	31
figure I-23: Facteur de partage de l'énergie pour une même étendue granulaire mais une distribution différente. Liu et al. (1994)	31
figure I-24: Facteur de partage de l'énergie pour une même étendue granulaire mais une distribution différente. Liu et al. (1994)	31
figure II-1: Cellule d'essais	34
figure II-2: Dispositif expérimental.	35
figure II-3: Exemple de dépouillement standard, relation pression compacité.....	37
figure II-4: influence du temps de turbulage, cas d'un clinker comprimé jusqu'à 350 Mpa.....	41
figure II-5: influence du temps de turbulage, cas du calcaire de Gaurain comprimé jusqu'à 260 Mpa.....	41
figure II-6: influence du temps de turbulage, cas du clinker de Trino comprimé jusqu'à 350 Mpa.	42
figure II-7: Comparaison de la désagglomération en voie humide et en voie sèche, cas du clinker de l'usine de Trino comprimé jusqu'à une pression maximale de 350 MPa.	43
figure II-8: reproductibilité de la désagglomération en voie humide (Calcaire de Gaurain 260 Mpa).....	45
figure II-9: reproductibilité de la désagglomération en voie humide (Clinker de Trino 350 Mpa).....	45
figure II-10: Etude de la désagglomération, reproductibilité de la méthode de turbulage.....	46
figure II-11: Reproductibilité des relations pression compacité (étendue granulaire 0-6300µm).	47
figure II-12: Test de reproductibilité des relations pression compacité. Cas des essais de compressions sur une tranche granulaire unitaire 5000-6300 µm.	49
figure II-13: Test de reproductibilité des relations pression compacité. Cas des essais de compressions sur une tranche granulaire unitaire 500-630 µm.	49

figure II-14: Reproductibilité des granulométries générées. Cas de l'étendue 0-6300 μ m.	50
figure II-15: Reproductibilité des granulométries générées. Cas de la tranche 5000-6300 μ m.	51
figure II-16: Reproductibilité des granulométries générées. Cas de la tranche 500-630 μ m.	51
figure II-17: Evolution de la relation pression compacité avec la hauteur initiale du lit de particules.	52
figure II-18: Apport énergétique à pression maximale imposée, en fonction de l'épaisseur initiale du lit de matériaux.	53
figure II-19: Granulométries générées à pression maximale imposée, en fonction de l'épaisseur initiale du lit de matériau.	54
figure II-20: Granulométries générées à pression maximale imposée en fonction de l'épaisseur initiale du lit de matériaux.	55
figure III-1: Répartition des tranches granulométriques.	58
figure III-2: Evolution des paramètres en fonction de la granulométrie de la tranche.	61
figure III-3: Evolution des refus dans la tranche initiale (Schönert & Müller 1990a)	62
figure III-4: Evolution des refus dans la tranche initiale (Liu et al., 1994).	62
figure III-5: Evolution des paramètres en fonction de la granulométrie de la tranche (Liu et al. 1994)	63
figure III-6: Modélisation des refus dans la tranche initiale en fonction de l'apport énergétique.	64
figure III-7: Analyses granulométriques des essais sur la tranche 5000-6300 μ m	65
figure III-8: Tranche 5000-6300 μ m.	66
figure III-9: Tranche 2500-3150 μ m.	66
figure III-10: Tranche 1250-1600 μ m.	66
figure III-11: Tranche 800-1000 μ m.	66
figure III-12: Tranche 500-630 μ m.	66
figure III-13: Tranche 250-315 μ m.	66
figure III-14: Analyses granulométriques des essais sur la tranche 80-100 μ m	67
figure III-15: Refus dans la tranche initiale en fonction de l'apport énergétique.	68
figure III-16: Evolution des refus dans la tranche initiale à apport énergétique constant en fonction de la granulométrie de la tranche	69
figure III-17: Evolution des refus dans la tranche initiale à apport énergétique constant en fonction de la granulométrie de la tranche (Liu et al. 1994)	70
figure III-18 : Evolution des paramètres en fonction de la granulométrie de la tranche.	71
figure III-19: Evolution des refus dans la tranche initiale en fonction de l'apport énergétique	71
figure III-20: Evolution des refus dans la tranche initiale à apport énergétique constant.	72
figure III-21: Compilation des résultats en terme d'évolution des refus	73
figure III-22: Evolution des refus dans la tranche initiale à apport énergétique constant.	74
figure III-23: Evolution des paramètres en fonction de la granulométrie de la tranche.	75
figure IV-1: Relations pression compacité de la tranche 5000-6300 μ m	78
figure IV-2: Relations pression compacité de la tranche 800-1000 μ m	78
figure IV-3: Relations pression compacité de la tranche 500-630 μ m	79
figure IV-4: Relations pression compacité de la tranche 250-315 μ m	79
figure IV-5: Relation pression compacité de la tranche 80-100 μ m	80
figure IV-6: Tranche 5000-6300 μ m.	81
figure IV-7 : Tranche 2500-3150	81
figure IV-8: Tranche 1250-1600 μ m.	81
figure IV-9: Tranche 800-1000 μ m.	81
figure IV-10: Tranche 500-630 μ m.	81
figure IV-11: Tranche 250-315 μ m.	81
figure IV-12: Relations pression compacité des essais sur tranches pour une pression maximale de 92Mpa	82

figure IV-13: Compacités initiales mesurées pour les différentes tranches granulométriques.....	83
figure IV-14: Apports énergétiques en fonction de la granulométrie de la tranche pour une pression maximale de 92MPa	84
figure IV-15: Relations pression compacité des mélanges de tranches.	85
figure IV-16: Compacités initiales des mélanges de tranches.	86
figure IV-17: Apports énergétiques à pression constante dans les essais sur mélanges de tranches.	87
figure IV-18: Relations pression compacité pour les essais sur étendues granulaires.....	88
figure IV-19: Relations pression compacité pour les essais sur étendues granulaires, seconde série d'essais.....	88
figure IV-20: Evolution des compacités initiales en fonction de l'étendue pour les essais sur étendues granulaires.....	89
figure IV-21: Apports énergétiques en fonction de l'étendue granulaire pour une pression maximale de 92 MPa	90
figure IV-22: Distributions granulométriques des différentes étendues 0-6300 μ m testées.....	91
figure IV-23: Relations pression compacités des différentes distributions sur l'étendue granulaire 0-6300 μ m	92
figure IV-24: Evolution des compacités initiales associés aux essais sur différentes distributions dans l'étendue granulaire 0-6300.....	93
figure IV-25: Apports énergétiques associés aux essais sur différentes distributions dans l'étendue granulaire 0-6300 μ m, pour une pression maximale de 92Mpa	94
figure V-1: Evolution de la granulométrie lors d'un processus de broyage par multicompression ...	98
figure V-2: Evolution de la granulométrie pour une seule compression d'intensité croissante	98
figure V-3: Evolution comparée des d50 et d80	99
figure V-4: Comparaison des granulométrie à apport énergétique constant.....	100
figure V-5: Apport énergétique en fonction de la position de la compression dans le cycle.....	101
figure V-6: Apport énergétique cumulé en fonction du nombre de compressions	102
figure V-7: Apport énergétique à pression maximale croissante.....	102
figure V-8: Evolution des compacités initiales et finales dans un cycle de multicompression	103
figure V-9: Evolution des refus dans la tranche initiale en fonction de la pression maximale.....	106
figure V-10: Evolution de la vitesse de disparition des particules de la tranche initiale en fonction de l'apport énergétique.....	107
figure V-11: Evolution des refus dans la tranche initiale pour les essais sur mélanges.....	108
figure V-12: Evolution de la vitesse de disparition des particules de la tranche initiale lors des essais sur mélanges.....	109
figure V-13; Evolution des refus dans la tranche initiale lors des essais sur étendues granulaires de largeurs croissantes	110
figure V-14: Evolution de la vitesse de disparition des particules lors des essais sur étendue granulaires de largeurs croissantes.....	111
figure V-15: Evolution des refus dans la tranche initiale lors des essais de multicompression.....	112

Références bibliographiques

- Aziz J. A., Schönert K., 1980. « Single particle size reduction and bed loading conditions for cement clinker fractions », *Zement Kalk Gips*, 5/80 : pp. 213-218.
- Austin L. G., Klimpel R. R., Luckie P. T., 1984. « Process Engineering of Size Reduction : Ball Milling », published by SME Society of Mining Engineers of the American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, Inc. New York 1984.
- Austin L. G., Weller K.R., Lim I.L., 1993. « Phenomenological Modeling of the High Pressure Grinding Rolls ». Proceedings of the XVIII International Mineral Processing Congress, 23-28 may, Sydney Australia. Published by the Australian Institute of Mining and Metallurgy, Publication serie No 3/93. Vol.1 :pp. 87-95
- Bond F. C., 1952. « The third theory of comminution ». Trans. AIME 193, pp. 484-494
- Bond F. C., 1961. « Crushing and grinding calculation ». *Brit. Chem. Eng.*, 6, 378-385, pp. 543-548.
- Charles R.J., 1957. « Energy-size reduction relationships in comminution ». Trans. AIME 208, pp. 80-88.
- Cordonnier A., Obry C., 1993. « Grinding plant optimisation », *International cement review*, sept. 93, pp. 88-95.
- Cordonnier A., 1994. « A new grinding process », Preprint of the 8th European symposium on comminution, 17-19 may, Stockholm Sweden, vol. II, pp. 667-674.
- Cordonnier A., Evrard R., Obry Ch., 1995. « New compression grinding technologies », Proceedings of the XIX int. mineral processing congress, San Francisco 1995, published by the Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. Littleton Co 1995. ISBN 0-87335-134-7. Vol.1 :pp. 71-77
- Dronsart F., Obry Ch., Cordonnier A., Kondo D., 1996. « Etude expérimentale du broyage par compression », Récents progrès en génie des procédés : Procédés de broyage, 14-15 février, Toulouse France. Editeur : Groupe Français de Génie des Procédés., No 45, vol. 10 : pp. 131-136
- Duhamel P., 1996. « Le TSV :le séparateur dynamique hautes performances et son dernier développement », Comité de fragmentation de la SRBII. Journée d'étude « criblage et classification à sec », Bruxelles 28/03/96.
- Feige F., 1989. « Measurement of Pressure Acting on a Layer of Particles Between Two Rollers », *Aufbereitungs technik* 30,n°10: 593-599.
- Flament G., Saint-Etienne V., Cordonnier A., Tête P., 1990. « Modélisation des ateliers et broyabilité des matériaux en cimenterie », *Ciment Bétons Plâtres chaux*, n° 787, 6/90, pp. 406-418.
- Flament G., Saint-Etienne V., Cordonnier A., Tête P., 1991. « Modelling of grinding plants and grindability of materials in cement plant », *World cement*, august 1991, pp. 14-26.

- Flament G., Saint-Etienne V., Cordonnier A., Tête P., 1991. « Modelling of grinding plants and grindability of materials in cement plant (Part 2) », *World cement*, september 1991, pp. 24-33.
- Fuerstenau D.W., Shukla A., Kapur P.C., 1991. « Energy consumption and product size distribution in choke fed high compression roll mills », *International Journal of Mineral Processing*, 32: pp. 59-79.
- Fuerstenau D.W., Kapur P.C., Gutsche O., 1993. « Comminution of single particles in a rigidly mounted roll mill. Part I: Mill torque model and energy investment », *Powder technology*, 76:pp. 253-262.
- Fuerstenau D.W., Kapur P.C., Gutsche O., 1993. « Comminution of Minerals in a laboratory size, Choke fed High pressure Roll Mill ». Proceedings of the XVIII International Mineral Processing Congress, 23-28 may, Sydney Australia. Published by the Australian Institute of Mining and Metallurgy, Publication serie No 3/93. Vol.1 :pp. 175-180
- Fuerstenau D.W., Gutsche O., Kapur P.C., 1994. « Confined particle bed comminution under compressive load » Preprint of the 8th European symposium on comminution, 17-19 may, Stockholm Sweden, vol. II, pp. 608-621.
- Fuerstenau D.W., Kapur P.C., 1995. « Newer energy efficient approach to particle production by comminution », *Powder technology*, 82: pp. 51-57.
- Gardner R.P., Austin L.G., 1962. « A chemical engineering treatment of the batch grinding ». Proceedings of the 1st Europ. Symp. Zerkleinern. H. Rumpf, D. Behren eds., Verlag chemie, Weinheim, pp. 217-247.
- Göll G. Hartz T., 1989. « Material and comminution related characterization of flakes formed by action of high pressure », *Aufbereitungs technik* 30,n°10: pp. 600-608.
- Griffith A. A., 1920. Trans. Roy. Soc. London. A221, pp. 163-198.
- Guillot R., 1960 « Le problème du broyage et son évolution, l'aptitude des matériaux au broyage ». Collection ANRT, ed. Eyrolles.
- Gutsche O., Ravikumar R. , Fuerstenau D.W., 1992. « Grindability of minerals from single particle comminution in a rigidly mouted roll mill », in : *Comminution-Theory and Practice*, published by the Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. Littleton, CO 1992. ISBN 0-87335-112-6. pp. 125-135.
- Gutsche O., Kapur P.C., Fuerstenau D.W., 1993. « Comminution of single particles in a rigidly mounted roll mill. Part II: Product size distribution and energy utilization », *Powder technology*, 76: pp.263-270.
- Gutsche O., 1995. « High pressure roll mill comminution of heterogeneous multicomponent feeds », Proceedings of the XIX int. mineral processing congress, San Francisco 1995, published by the Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. Littleton Co 1995. ISBN 0-87335-134-7. Vol.1 :pp. 131-136.
- Gy P., 1975. « Théorie et pratique de l'échantillonnage des matières morcelées ». Edition PG, Cannes.
- Hanish J., Schubert h., 1985. « Compressive comminution of particle beds ». Proceedings of the XV Int. Mineral Processing Congress, 2-9 june, Canne France, vol 1, pp. 201-212.

- Hanish J., Schubert h., 1986. « Energy considerations in particle bed comminution », 6th European Symposium on Comminution, Nürnberg, pp. 223-232.
- Holmes J.A., 1957. « A contribution to the study of comminution, a modified form of Kick's law ». *Trans. Inst. Chem. Eng.*, vol 35, pp. 125-156.
- Kanda Y., 1990. « A Compressive crushing of powder bed - a consideration of size distribution of product and specific energy to produce fine particles », *Powder technology*, 63: pp.221-227.
- Kapur P.C., 1972. « Self-Preserving Size Spectra of Comminuted Particles », *Chemical Engineering Science*, 27: pp. 425-431.
- Kapur P.C., Fuerstenau D.W., 1987. « Energy Size Reduction laws Revisited », *International Journal of Mineral Processing*, 20: pp. 45-57.
- Kapur P.C., Schönert K., Fuerstenau D.W., 1990. « Energy size relationship for breakage of single particles in a rigidly mounted roll mill », *International Journal of Mineral Processing*, 29: pp. 221-233.
- Kapur P.C., Sudhir G.S., Fuerstenau D.W., 1992. « Grinding of heterogeneous mixtures in a high pressure roll mill », in : *Comminution-Theory and Practice*, published by the Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. Littleton, CO 1992. ISBN 0-87335-112-6. pp. 109-123.
- Kapur P.C., Gutsche O., Fuerstenau D.W., 1993. « Comminution of single particles in a rigidly mounted roll mill. Part III: Particle interaction and energy dissipation », *Powder technology*, 76: pp. 271-276.
- Kawakita K. Lüdde K. H., 1970. « Some considerations on power compression equations », *Powder technology*, 4: pp. 61-68.
- Kick F., 1885. « Das Gesetz der proportionalem Widerstand und seine Anwendungen », Leipzig.
- Liu J., Schönert K., 1994. « Modelling of interparticle breakage », Preprint of the 8th European symposium on comminution, may 17-19 , Stockholm Sweden, vol. II, pp. 102-115.
- Lemaitre J., Chaboche J. L., 1985. « Mécanique des matériaux solides », Dunod, ISBN 2-10-001397-1
- Lubjuhn U., Schönert K., 1993. « Material Flow in the Acceleration Zone and Throughput of High Pressure Roller Mills » Proceedings of the XVIII International Mineral Processing Congress, 23-28 may, Sydney Australia. Published by the Australian Institute of Mining and Metallurgy, Publication serie No 3/93. Vol.1 : pp. 161-168
- Lubjuhn U., Sander U., Schönert K., 1994. « Pressure profile in the compression zone of the high pressure roller mill », *Zement Kalk Gips*, 6/94 : pp. 157-163
- Müller F., Schönert K., 1990. « Influence of stress velocity and interstitial liquids on inter particle breakage », Preprints of the 7th European Symposium on Comminution, june 12-14, Ljubljana Yugoslavia. Part 1 : pp. 179-194.
- Norme française AFNOR, X 11-640, « Granulométrie. Analyse granulométrique des poudres fines sur tamiseuse à dépression d'air », juillet 1979.
- Norme expérimentale AFNOR, M 03-047, « Détermination de l'indice de broyabilité hardgrove », novembre 1983.

- Norme française AFNOR, X 11-635, « Granulométrie. Représentation des distributions granulométriques. Partie 1 : modèles de référence », juillet 1985.
- Norme française AFNOR, NF EN 196-6, « Méthodes d'essais des ciments, détermination de la finesse », août 1990.
- Ouchiyaama N., Tanaka T., 1980. « Estimation of the average number of contacts between randomly mixed solid particles », *Ind. Eng. Chem Fundam*, vol. 19, n°4, pp. 338-340.
- Ouchiyaama N., Tanaka T., 1981. « Porosity of a mass of solid particles having a range of sizes », *Ind. Eng. Chem Fundam*, vol. 20, n°1, pp. 66-71.
- Ouchiyaama N., Tanaka T., 1986. « Porosity estimation from particles sizes distribution », *Ind. Eng. Chem Fundam*, vol. 25, n°1, pp. 125-129.
- Ouchiyaama N., Tanaka T., 1988. « Porosity estimations of mixed assemblages of solid particles with different packing characteristics », *Journal of Chemical engineering of japan*, vol. 21, n°2, pp. 157-163.
- Ouchiyaama N., Tanaka T., 1989. « Predicting the denset packing of ternary and quaternary mixtures of solid particles », *Ind. Eng. Chem Res.*, vol. 28, n°10, pp. 1530-1536.
- Prasher C. L., 1987. « Crushing and Grinding Process Handbook », John Wiley & sons Ltd, ISBN 0 471 10535 X
- Reid K. J., 1965. « A solution to the batch grinding equation », *Chem. Eng. Science* 20, pp. 953-963.
- Rittinger, P. Ritter, 1867. « Lehrbruch des aufbereitungskunde », Ernst und korn, Berlin, pp. 19
- Rumpf H., 1973. « Physical Aspect of Comminution and New Formulation of a Law of Comminution », *Powder technology*, 7: pp. 145-149.
- Schmitz T., Kupper D., 1992. « Influence of rheological parameters of the process of inter particulate comminution in high pressure grinding rolls, Part 1 » *Zement Kalk Gips*, 4/92 : pp. 103-108.
- Schmitz T., Kupper D., 1993. « Influence of rheological parameters of the process of inter particulate comminution in high pressure grinding rolls, Part 2 » *Zement Kalk Gips*, 2/93 : pp. 44-49.
- Schönert K., 1978. « Procédé de broyage fin et très fin de matières fragiles », Institut National de la Propriété Industrielle, brevet d'invention n°7805240, n° de publication 2381569.
- Schönert K., 1979. « Energy aspects of the size reduction of brittle materials », *Zement Kalk Gips*, 1/79 : pp. 1-9.
- Schönert K. 1979. « Aspect of the physics of breakage relevant to comminution », Fourth Tewksbury Symposium, Melbourne, February 1979, pp. 3.1-3.30
- Schönert K., 1984. « Cement grinding in the twin roll mill », *Zement Kalk Gips*, 11/84 : pp. 563-568.
- Schönert K., 1988. « A First Survey of Grinding with High Compression Roller Mills », *International Journal of Mineral Processing*, 22: pp. 401-412.
- Schönert K., 1989. « Economiser l'énergie grâce au broyage à haute pression », Nouvelles techniques de broyage et économies d'énergie, journées d'études organisées par l'agence française pour la maîtrise de l'énergie, 25-26 Oct. Paris, tome I, pp.65-104.

- Schönert K., Müller F., 1990. « Representation of breakage fraction and breakage function of inter-particle stressing », *Aufbereitungs technik* 31,n°5: pp. 248-256.
- Schönert K., Müller F. Schwechten D., 1990. « Compression and energy absorption at interparticle breakage », *Zement Kalk Gips*, 2/90 : pp. 65-70.
- Schönert K., Reichard Y., 1993. « Interparticle Breakage of Very Fine Materials by Alternating Crosswise Stressing with a High Pressure ». Proceedings of the XVIII International Mineral Processing Congress, 23-28 may, Sydney Australia. Published by the Australian Institute of Mining and Metallurgy, Publication serie No 3/93. Vol.1 : pp. 213-217
- Schönert K., Lubjuhn U., 1993. « Angle of compression and throughput in high pressure grinding rolls », *Zement Kalk Gips*, 2/93 : pp. 34-39.
- Schönert K., 1994. « The influence of particle bed configurations and confinement on particle breakage » Preprint of the 8th European symposium on comminution, 17-19 may, Stockholm Sweden, vol. II, pp: 7-26.
- Schubert H., 1993. « On the Energy Utilisation in Comminution », *Aufbereitungs technik* 34, n°10: pp. 495-505
- Schwechten D., Schönert K., 1986. « Wet operation of high compression roller mills », 6th European Symposium on Comminution, Nürnberg, pp. 443-457.
- Tête P., 1989. « Optimisation et modélisation des circuits de broyage, application au ciment », thèse de doctorat de l'université d'Orléans.
- Vallet D., 1995. « Etude expérimentale de la fragmentation de clinker de ciment : grain unique et empilement », thèse de doctorat de l'université de Paris 6.
- Weibull W., 1939. « A statistical theory of the strength of materials », *Ing. Handlingar*, Gen. Lit. Ans. Förlag Stockholm, N°151, pp. 1-45
- Weibull W., 1951. « A statistical Distribution Function of Wide Applicability », *Journal of Applied Mechanics*. September 1951, pp. 293-297.
- Weichert R., Schönert K., 1978. « Heat generation at the tip of a moving crack », *J. Mech. Phys. Solids*. Vol. 26, pp. 151-161.
- Weichert R., 1988. « Correlation Between Probability of Breakage and Fragment Size Distribution of Mineral Particles », *International Journal of Mineral Processing*, 22: pp. 1-8.
- Weichert R., 1991. « Theoretical Prediction of Energy Consumption and Particle Size Distribution in Grinding and Drilling of Brittle Materials », *Part. Part. Syst. Charact.*, 8: pp. 55-62.
- Weichert R., 1992. « Application of defect statistic and fracture mechanics for describing comminution processes », *Zement-Kalk-Gips Int.*, 3: pp. 51-57.
- William H. Press et al., 1992. « Numerical recipes in fortran : the art of science computing. » 2nd ed. Published by the Press Syndicate of the University of Cambridge. ISBN 0-521-43064-X
- Yoda M., tamura K., Hashimoto A., Sato Y., 1987. « A Method of Crushing using the Triaxial Stress Apparatus », *Powder technology*, 52: pp. 171-177.