



وزارة البحث العلمي والتعليم العالي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عبد الحميد بن باديس مستغانم
Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem
كلية العلوم و التكنولوجيا
Faculté des Sciences et de la Technologie
DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DE MASTER ACADEMIQUE

Filière : Génie des procédés

Option : Génie des matériaux

ETUDE DE L'EFFET DE LA TEMPERATURE ET DU TEMPS DE CALCINATION D'UN MATERIAU ARGILEUX

Présenté par :

M^{elle} : SELMA Sarah

M^{elle} : BENCHAA Yasmina

Soutenu le 13/07/ 2021 devant le jury composé de :

Présidente : MAROUF Kheira Grade Professeur U – Mostaganem

Examinatrice : ABDELLI Islam Grade MCA U – Mostaganem

Examinatrice : DELALI Halima Grade MAA U – Mostaganem

Invité : KHEDIM Amine Grade MAA U – Mostaganem

Encadrante : ZIANE Samira Grade MCA U – Mostaganem

Année Universitaire : 2020 / 2021

REMERCIEMENTS

Ce mémoire de Master a été réalisé au laboratoire18, Département de Génie des procédés, Faculté des Sciences et de la Technologie, Université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem.

Avant tout, nous remercions "Allah", Le tout puissant qui nous a donné la Volonté, la santé et la patience durant nos années d'études

*Nous exprimons toute notre gratitude et notre profonde reconnaissance à notre encadrante Madame **ZIANE Samira** Maîtres de conférences à l'université de Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem. Nous sommes particulièrement honorées par la présence de madame, **MAROUF Kheira** professeure à l'université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem qui a bien accepté de présider ce jury de mémoire. Nos vifs remerciements s'adressent à madame **ABDELLI Islam** Maîtres de conférences à l'université de Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, Melle **DELALI Halima**, et Monsieur **KHEDIM Amine** Maîtres assistant à l'université de Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem pour avoir bien voulu faire parti du jury et d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

*Nos remerciements vont également à Madame **YOUB Oum elkeir** et Monsieur **ZALMAT.Y** pour l'aide qu'ils nous ont apporté durant notre période de stage au laboratoire.*

Sans oublier de remercier l'ensemble des personnels du laboratoire de recherche SEA2M .

Nos remerciements s'étendent à tous nos enseignants du département du génie des procédés

Ainsi qu'à tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail en signe de respect et de reconnaissance à mes chers parents pour leur patience, leur amour, leur soutien et leurs encouragements.

Toutes mes sœurs.

Toute ma famille.

Tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin dans ma formation.

Tous ceux qui j'aime.

SELMA Sarah

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail en signe de respect et de reconnaissance à mes chers parents pour leur patience, leur amour, leur soutien et leurs encouragements.

Toutes mes sœurs et mes frères

Toute ma famille.

Tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin dans ma formation.

Tous ceux qui j'aime.

BENCHAA Yasmina

سمحت لنا هذه الدراسة باستخدام مادة طينية من نوع البنتونيت غنية بالمونتموريلونيت من منطقة مستغانم. تمت دراسة التركيب الكيميائي للمادة ، وقياس الأس الهيدروجيني وتطور درجة حرارة التكليل لهذه المادة كدالة لفقد الاشتعال. تظهر النتائج أن السيليكا والألومينا هما المكونان الأساسيان للأكاسيد في الطين لدينا ، و سطح المادة ، سواء كانت خامًا أو مكلسًا ، أساسي بطبيعته. فوق 600 درجة مئوية حتى 700 درجة مئوية ، يُعزى فقدان الكتلة الناتج عن الزيادة في درجة الحرارة إلى كل من من ثماني الأوجه الموجودة في (OH-) امتصاص الماء الهيكلي وتحلل الكربونات وبسبب تبخر ماء التكوين والهيدروكسيل الطين. أخيرًا ، يُقترح تعميق هذا العمل ، من خلال تطبيق هذه المواد المكلسة في عدة مجالات مثل السيراميك ، والامتصاص ، وصنع المواد القائمة على الأسمنت

الكلمات المفتاحية

الطين ،تكليل ،فقدان الاشتعال ،البنتونيت ،الامتزاز

Résumé

Cette étude nous a permis d'utiliser un matériau argileux de type bentonite riche en montmorillonite de la région de Mostaganem. La composition chimique de matériau, le mesure de pH et l'évolution de la température de calcination de ce matériau en fonction de la perte au feu a été étudiée. Les résultats montrent que la silice et l'alumine sont des oxydes constitutifs majoritaires dans notre argile, la surface du matériau que ce soit brute ou calciné est du nature basique. Au-delà de 600°C jusqu'à 700°C, perte de masse produite par l'augmentation de la température est attribuée à la fois à la désorption de l'eau de structure et à la décomposition des carbonates et due à l'évaporation de l'eau de constitution et des hydroxyles (OH⁻) des octaèdres contenue dans l'argile. Enfin, il est proposé d'approfondir ce travail, en appliquant ces matériaux calcinés dans des plusieurs domaines tel que la céramique, l'adsorption, La confection de matériaux à base cimentaire...

Mots-clés : Argile, calcination, perte au feu, bentonite, désorption

Abstract

This study allowed us to use a clay material of the bentonite type rich in montmorillonite from the region of Mostaganem. The chemical composition of the material, the pH measurement and the evolution of the calcination temperature of this material as a function of the loss on ignition was studied. The results show that silica and alumina are the major constituent oxides in our clay, the surface of the material whether raw or calcined is of basic nature. Above 600°C up to 700°C, loss of mass produced by the increase in temperature is attributed to both desorption of structural water and decomposition of carbonates and due to evaporation of the constitutive water and hydroxyls (OH⁻) of octahedra contained in the clay. Finally, it is proposed to deepen this work, applying these calcined materials in several fields such as ceramics, adsorption, The making of cement-based materials.....

Keywords: Clay, calcination, loss on ignition, bentonite, desorption

Sommaire

N°		Page
	Introduction générale	01
I.1	Chapitre I : GENERALITES SUR LES MATERIAUX MINERAUX A BASE D'ALUMINOSILICATE	02
I.2	Minéraux argileux	03
I.2.1	Couche tétraédrique de silicium	04
I.2.2	Couche octaédrique d'aluminium	04
I.3	Classification des minéraux argileux	04
I.3.1	Les minéraux de type 1/1 (T-O)	05
I.3.2	Les minéraux de type 2 /1 (T-O- T)	05
I.3.3	Les minéraux de type 2 /1/1 (T- O-T-O)	06
I.3.4	Les minéraux interstratifiés	06
I.4	Les groupes des argiles	07
I.4.1	La kaolinite	07
I.4.1.1	propriétés physico-chimiques de la Kaolinite	08
I.4.1.2	L'utilisation de la kaolinite	08
I.4.2	Les smectites	08
I.4.2.1	Propriétés physico-chimiques des smectites	09
I.4.3	Les illites	09
I.5	Les chrolites	10
I.6	Montmorillonite	10
I.7	Microstructure de la bentonite	11
I.7.1	Bentonite	11
I.7.2	Origine de la bentonite	11
I.7.3	L'utilisation de la bentonite	12
I.7.4	Argile et environnement	12
I.8	perte au feu	13
I.9	Structure poreuse d'un adsorbant	13
I.10	Calcination des matériaux	14

	argileux	
I.11	Activation thermique des matériaux argileux	15
I.12	Méthodes d'analyse	15
I.12.1	Spectroscopie Infrarouge	15
I.13	Purification des argiles	16
I. 14	Conclusion générale	17
	Bibliographique	18
	CHAPITRE II :ETUDE DE L'EFFET DE LA TEMPERATURE ET DU TEMPS DE CALCINATION D'UN MATERIAU ARGILEUX	21
II.1	Introduction	21
II.2	Prélèvement et préparation du matériau argileux	21
II.3	Méthode de caractérisations, Résultats et Interprétations	22
II.3.1	Spectroscopie Infrarouge	22
II.3.2	Composition chimique de l'argile brute	24
II.3.3	Mesure de pH	24
II. 4	L'effet de la température sur la calcination de l'argile	25
II. 5	L'effet du temps sur la calcination de l'argile à T = 700 °C	27
II.6	Test de purification et modification de l'argile	28
II. 7	Conclusion	30
	Conclusion générale	31
	Bibliographie	32

INTRODUCTION GENERALE

Parmi la multitude de matériaux disponibles, les argiles et les minéraux qu'elles contiennent sont de plus en plus utilisées dans la vie contemporaine, grâce à leur abondance et leur coût réduit [1].

L'argile, roche plastique, imperméable et résistante quand elle est imbibée d'eau, qui durcit à la cuisson de façon irréversible. Les argiles, souvent employées dans l'industrie, constituent un groupe d'aluminosilicates hydratés formé par l'altération des roches feldspathiques comme le granite. Les grains individuels des minéraux argileux sont de taille microscopique et semblable à des plaquettes. Cette structure en feuillets, dont la surface est bien plus importante que l'épaisseur, leur permet d'absorber de grandes quantités d'eau par adhésion. Ce qui leur donne leur plasticité et fait gonfler certaines variétés. Ce feuilletage, qui présente de très nombreuses variantes selon le mode d'empilement des plaquettes élémentaires, est le principal critère de distinction de nombreuses variétés minérales : la kaolinite, l'illite, la montmorillonite, la smectite, le chlorite, les interstratifiées, la glauconite, etc.... Le degré de plasticité des argiles varie : mélangées à de l'eau, elles se prêtent plus ou moins bien au moulage ou au façonnage [2].

L'argile ordinaire est un mélange de kaolin, ou argile à porcelaine (argile hydratée), et de poudre fine provenant de certains minéraux feldspathiques anhydres non décomposés. [2]
L'objectif principal de ce travail est d'étudier l'effet de temps et de la température sur les argiles

Nous présentons ce travail en deux grandes parties :

La partie théorique, organisée autour d'un seul chapitre intitulé de l'argile les divers types des minéraux argileux et ses propriétés physico-chimiques ainsi que la calcination et l'activation thermique de ces derniers Puis les méthodes d'analyse et la purification des argiles.

Dans la partie expérimentale, nous avons présenté l'ensemble du travail expérimental concernant le prélèvement et préparation du matériau (Argile) qui provient du gisement de Mostaganem. Les différentes techniques physico-chimiques disponibles et utilisées pour caractériser notre échantillon sont : la Spectroscopie Infrarouge, la composition chimique du matériau et la mesure de pH. L'évolution de la perte au feu en fonction de la température de calcination du matériau a été étudiée.

CHAPITRE I

PARTIE THEORIQUE

I.1 Généralités sur les matériaux minéraux à base d'Aluminosilicate :

Les aluminosilicates sont des minéraux du groupe des silicates dans lesquels certains atomes de silicium Si sont remplacés par des atomes d'aluminium Al (**fig.I.1**).

Certains tétraèdres (SiO_4) du squelette de ces minéraux sont ainsi remplacés par des tétraèdres (AlO_4).

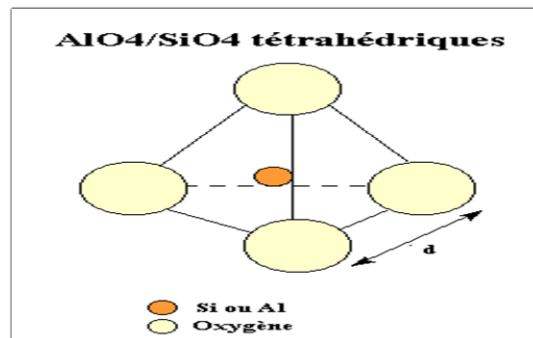


Figure I.1 : Structure de l'aluminosilicate

Les minéraux argileux, ou simplement les argiles, sont des aluminosilicates hydratés de la famille des phyllosilicates. Ces minéraux sont les constituants principaux des roches argileuses et du matériau obtenu à partir de ces roches après un éventuel raffinage (ces roches et ce matériau sont également appelés *argiles*).

Les argiles sont des produits de décomposition des roches siliceuses, par désagrégation physique et mécanique puis par altération chimique. L'argile brute contient généralement des particules élémentaires dont le diamètre des grains est inférieur à deux micromètres ($< 2\mu\text{m}$) qui représentent les individus cristallins (phase minérale pure), appelés minéraux argileux responsables de ses propriétés tel que le gonflement, la plasticité, et les propriétés d'adsorption mais dans les sols, ces particules élémentaires sont en général liées entre elles par des ciments de nature très diverse (carbonates, composés organiques, composés minéraux

amorphes ou oxydes et hydroxydes de fer et d'aluminium, quartz, feldspaths), au sein d'agrégats de tailles beaucoup plus grandes [3].

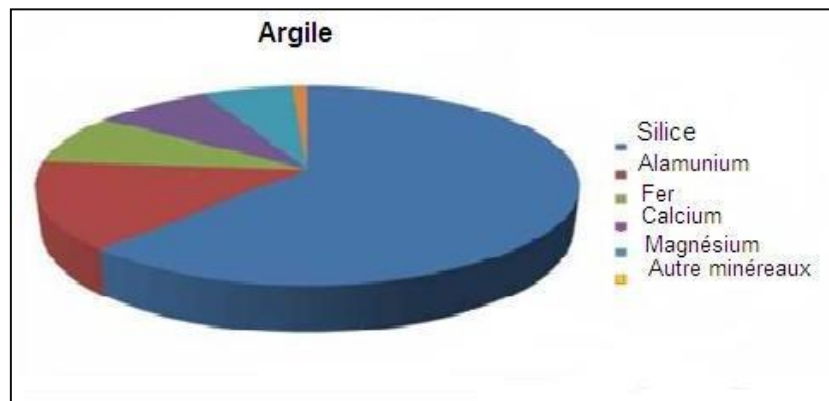


Figure I.2: constituants générale de l'argile.[4]

L'argile est un mélange de minéraux argileux et d'impuretés cristallines sous forme de débris rocheux de formule générale (Al_2O_3 , SiO_2 , H_2O). L'argile brute est constituée généralement d'un composant minéral de base (kaolinite, montmorillonite, etc...) et de certaines impuretés.

Les impuretés sont constituées de :

- ✓ Oxydes et hydroxydes de silicium : (le quartz et la cristobalite).
- ✓ Minéraux ferrifères : l'hématite Fe_2O_3 , la magnétite Fe_3O_4 .
- ✓ Carbonates : la calcite $CaCO_3$, la dolomite $CaMg(CO_3)_2$.
- ✓ Oxydes et hydroxydes d'aluminium : La gibbsite $Al(OH)_3$.
- ✓ Matières organiques

L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par

- ✓ Leur abondance dans la nature,
- ✓ L'importance des surfaces qu'elles développent,
- ✓ La présence de charges électriques à leurs surfaces
- ✓ L'échangeabilité des cations interfoliaires responsable de l'hydratation et du gonflement, ce qui confère à ces argiles des propriétés hydrophiles [5].

I.2 Minéraux argileux :

Le terme argile désigne un ensemble d'espèces minérales, une famille de roches, une catégorie de sols ou encore une classe granulométrique. Sous cette appellation générique se cache une grande variété de matériaux, dont le point commun est de posséder des minéraux argileux, qui eux sont de nature bien précise : ils sont à base de silicates et leur structure confère à ces matériaux, comparativement à d'autres types de sols ou de roches, des propriétés bien spécifiques quant à leur interaction avec l'eau. [6]

I.2.1 .Couche tétraédrique de silicium :

Cette couche est formée par l'enchaînement de tétraèdres dont les sommets sont occupés par des atomes d'Oxygène (O-) et le centre par un atome de Silicium (Si), comme il peut être aussi occupé par un atome trivalent Al^{+3} .(Fig.I.3)[7].

I.2.2. Couche octaédrique d'aluminium :

Elle est constituée par un enchaînement de plusieurs octaèdres dont les sommets sont occupés par des atomes d'oxygènes et des groupements hydroxyles, conférant ainsi, une structure hexagonale compacte. Les centres peuvent être occupés par des atomes variés de valence trois (Al, Fe) ou deux (Fe, Mg) (Fig.I.3).[7]

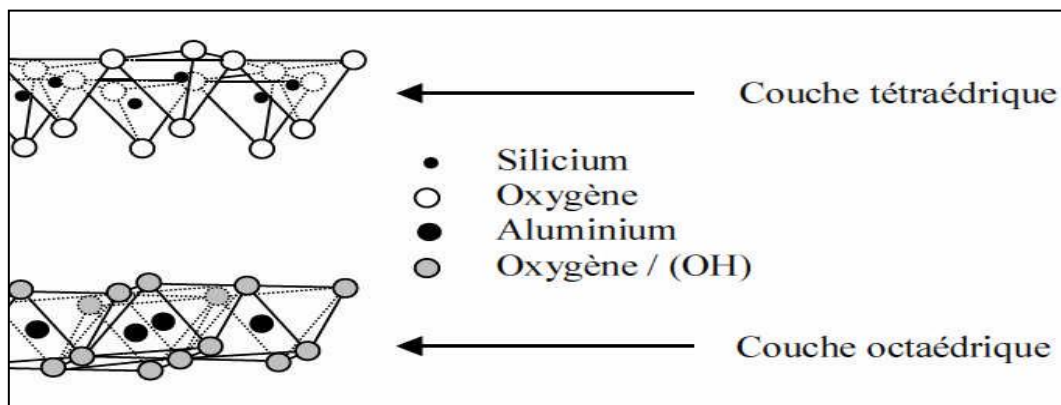


Figure I.3:Représentation des couches octaédriques et tétraédrique [7]

I.3. Classification des minéraux argileux :

On distingue quatre types des minéraux argileux :

1. Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T/O ou de type 1/1. Son épaisseur est d'environ 7 Å.

2. Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T.O .T ou de type 2/1. Son épaisseur est d'environ 10 Å.
3. Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T.O.T .O et de couches octaédriques interfoliaires.
4. *Minéraux interstratifiés* : L'épaisseur du feuillet est variable. Ces minéraux résultent du mélange régulier ou irrégulier d'argiles appartenant aux groupes ci-dessus.[8]

I. 3.1. Les minéraux de type 1/1 (T-O) :

Les minéraux 1/1 ont une couche d'octaèdres (O) et une couche de tétraèdres (T): T-O. La maille élémentaire se compose de six sites octaédriques (4 sites orientés cis et deux orientés trans). L'équidistance caractéristique de cette classe est voisine de 7 Å. Les types de minéraux argileux appartenant à cette famille sont: la kaolinite, la dickite et la nacrite qui se différencient par la structure cristalline. L'espace interfoliaire de cette classe de minéraux argileux est vide, par conséquent la cohésion des couches élémentaires est assurée par les forces (assez faibles) de Van der Waals et des liaisons hydrogène entravant l'insertion de toute espèce chimique. [9]

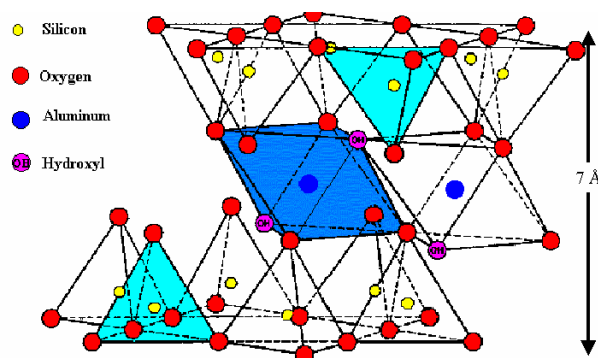


Figure I.4 : Représentation schématique de la kaolinite[10]

I. 3.2. Les minéraux de type 2 /1 (T-O-T) :

Les minéraux 2/1 ont une couche octaédrique encadrée par deux couches tétraédriques: T-O-T. Dans ce cas, la maille élémentaire est formée de six sites octaédriques et huit sites tétraédriques. La distance basale caractéristique varie de 9,4 à 15 Å selon le contenu de l'espace interfoliaire. Dans cette classe, on trouve à titre d'exemples les smectites, les vermiculites, les illites,... [9].

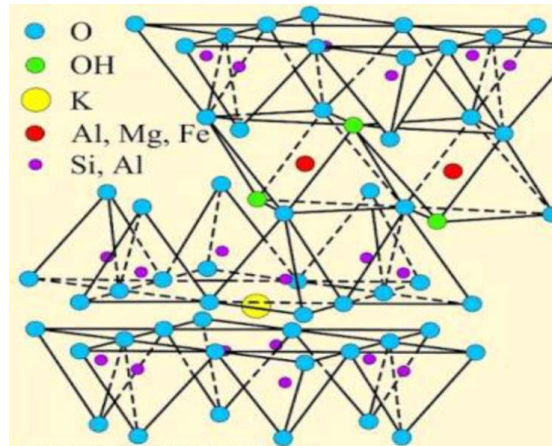


Figure I.5 :Représentation schématique de l'illite /mica [11]

I. 3.3. Les minéraux de type 2/1/1 (T-O-T-O) :

Les minéraux 2/1/1 (ou TOTO) ont une couche octaédrique encadrée par deux couches tétraédriques et dont l'espace interfoliaire est occupé par une couche d'octaèdres. Ce groupe de minéraux argileux exhibe une équidistance d'environ 14 Å. Le minéral argileux cristallisant dans cette structure correspond à la famille des chlorites. [9]

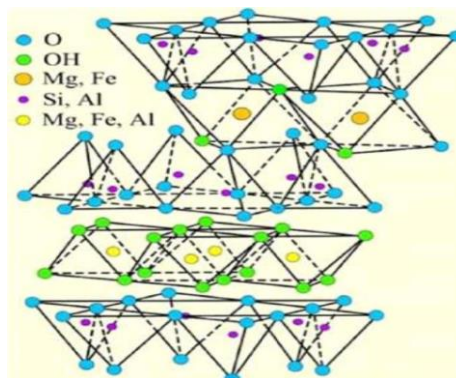


Figure I.6 : Représentation schématique de chlorite[11]

I. 3.4. Les minéraux interstratifiés :

Ce type de minéraux est formé par un mélange d'argile phylliteuses, c'est l'association de deux ou plusieurs feuillets, qui s'alternent de différentes manières :

Irrégulière : exemple : la sudoite (chlorite- montmorillonite) ;

Régulière : exemple : bravaisite (illite- montmorillonite) [10].

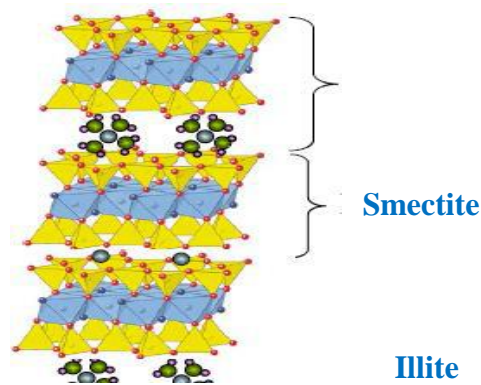


Figure I .7: Représentation schématique de interstratifié Illite/Smectite[11].

I. 4. Groupe des argiles :

I. 4.1.kaolinite (Si_4O_{10}) Al_4 (OH) $_8$:

Les kaolinites appartiennent à la famille des phyllosilicates 1/1. Le feuillet élémentaire est composé d'une couche tétraédrique de silicium et d'une couche octaédrique d'aluminium. D'un feuillet de kaolinite à l'autre des ions hydroxyles OH^- des couches octaédriques sont en vis-à-vis d'un plan contenant des ions d'oxygène O_2^- de la couche tétraédrique ; dans ce cas, les liaisons interfoliaires résultent de l'effet composé de liaisons hydrogène et de forces de Van der Waals (fig. I .6). [12].

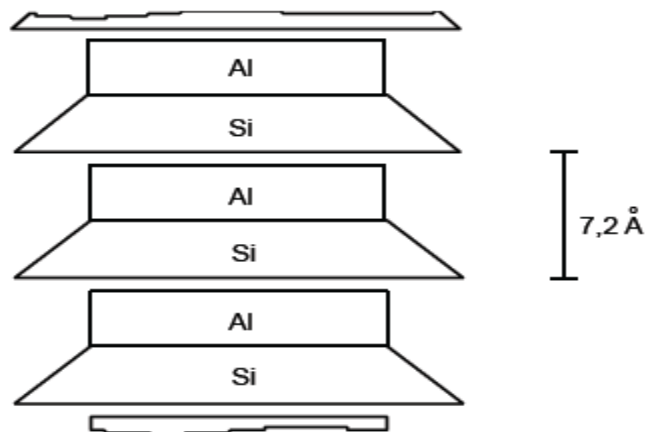


Figure I.8 : Schéma de la particule de kaolinite[12].

I. 4.1.1. Propriétés physico-chimiques de Kaolinite :

Ces propriétés ont été largement étudiées par cases et Murray, Le kaolin est considéré comme:

- Un minéral non gonflant.
- Les cristaux élémentaires se présentent sous forme de plaquettes hexagonales.
- pH neutre ou basique.
- Bon pouvoir couvrant (utilisation comme pigment)
- Doux et non abrasif.
- Plastique, faiblement réfractaire et faiblement conducteur de chaleur et d'électricité [13].

I. 4.1.2. Utilisation de Kaolinite :

La structure particulière du kaolin permet de l'utiliser comme pigment de couche dans le papier, ce qui augmente la brillance, le lissé et la blancheur du papier tout en prévenant le dégorgeage de l'encre. Le kaolin, est utilisé comme charge renforçant dans la fabrication du caoutchouc naturel, de certains caoutchoucs synthétiques, de matières thermoplastiques (résines vinyliques), de peintures antiacides, de savons hydrocarburés. En raison de sa plasticité, de sa couleur pâle et de sa résistance, il est utilisé dans la fabrication de la porcelaine. Le kaolin peut également jouer le rôle d'un diluant, adsorbant ou transporteur ; il peut être utilisé comme vecteur de médicament, produit pharmaceutique, produit de beauté comme il peut être utilisé dans la fabrication des engrais, insecticides, détergents et en tannerie de cuirs et polissage. [14] .

I. 4.2. Smectites(OH)₄ Si₈ (Al_{10/3}, Mg_{2/3}) O₂₀, nH₂O :

Les smectites, dont la montmorillonite et la bentonite, appartiennent à la famille des phyllosilicates 2 /1 gonflant. Le feuillet élémentaire est caractérisé par l'empilement de 2 couches tétraédriques séparées par une couche octaédrique. Les atomes de silicium constituent majoritairement les tétraèdres mais des cations (Al, Fe) peuvent se substituer au Si dans ces tétraèdres. Les couches octaédriques sont quant à elles composées d'Al, Mg, Fe²⁺, Fe³⁺,... (Leger 18 septembre 1997). Les smectites ont, de par leur structure, la nécessité d'équilibrer leur charge dans l'espace interfoliaire par l'insertion de cations dans cet espace. Ces cations, peu liés à la structure, sont susceptibles d'être échangés par d'autres cations. C'est ce que l'on appelle la capacité d'échange cationique (CEC). Cette structure permet aussi l'insertion, entre les feuillets de molécules telles que l'eau, le glycérol, ou d'autres molécules

organiques. Cette insertion se traduit par un gonflement de la structure. Ces variations sont dépendantes de la nature de la molécule, des conditions de température, de pression et de la nature du cation compensateur (**Figure.I.7**)[12].

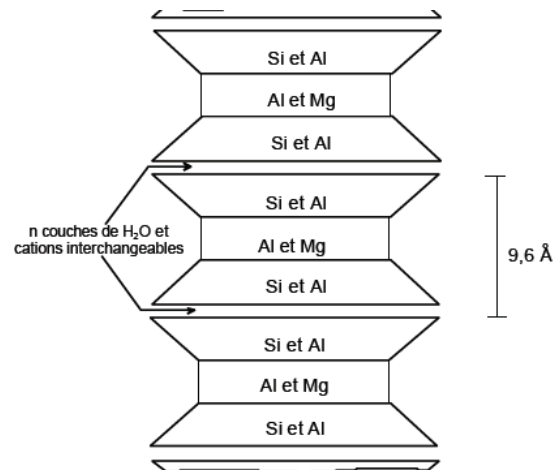


Figure I.9 : Schéma de la particule des smectites [12].

I. 4.2 .1 Propriétés physico-chimiques des smectites :

- Ces argiles ont une capacité d'échange cationique élevée.
- Des molécules d'eau sont susceptibles de s'intercaler dans l'espace interfoliaire
- Le degré d'hydratation dépend de la nature du cation hydraté et de l'humidité relative
- Possibilité de gonflement des espaces interfoliaires conduit à désigner ces argiles par le terme d'argiles gonflantes [13].

I.4.3. Illites $(K, H_2O)_2 Si_8 (Al, Fe, Mg) 4.6 O_{20} (OH)_4$

Les illites appartiennent à la famille des phyllosilicates 2 /1. Le feuillet élémentaire est composé d'une couche octaédrique d'aluminium comprise entre deux couches tétraédriques de silicium. Dans les couches tétraédriques de silicium un ion Si^{4+} sur quatre est remplacé par un ion Al^{3+} . Le déficit de charge qui en résulte est compensé dans l'espace interfoliaire par des ions potassium K^+ qui assurent des liaisons fortes entre les feuillets (**Fig. I.8**).[12]

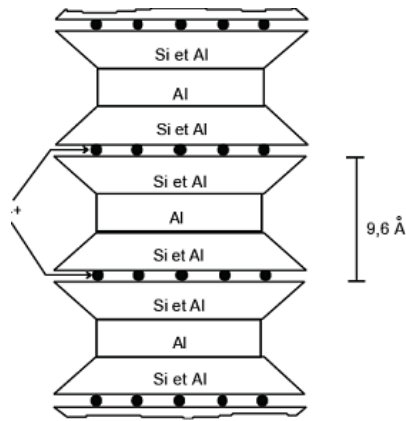


Figure I.10 : Schéma de la particule des illites [12].

I. 5. Chlorites $(OH)_4(Si\ Al)_8(Mg, Fe)_6O_{20}$:

Les chlorites appartiennent à la famille des phyllosilicates 2 / 1 / 1. Il est nécessaire de citer les chlorites du fait que leurs propriétés se rapprochent de celles des argiles et que ce minéral peut être présent en quantité non négligeable dans les sols les moins évolués de la région. Leur structure est cependant plus complexe, et se compose d'un feuillet 2 / 1 entre lequel s'insère un feuillet de brucite. (Fig.I.9) [12].

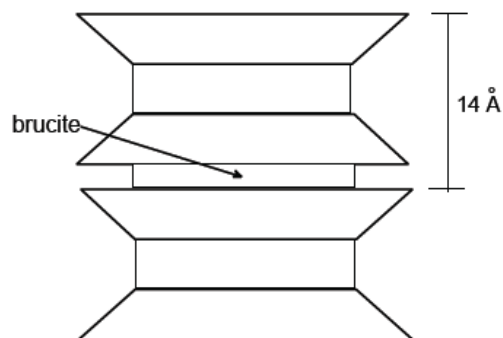


Figure I.11 : Schéma de la particule des chlorites [12]

I. 6. Montmorillonite :

Au contraire a des substitutions dans la couche d'alumine, et ses feuillets, faiblement liés, peuvent s'écarter de 14 à 20Å ; sa capacité de fixation et d'échanger est élevée (10 à 15 fois plus fortes que celle de la kaolinite), les ions pouvant se fixer, et s'échanger, sur les surfaces extérieures mais aussi intérieures des feuillets. Ce sont donc des argiles possédant trois feuillets par couche qui sont reconnues comme ayant une structure 2/1. Cependant,

contrairement à la montmorillonite, les espaces entre les couches de l'illite sont reliés par un atome de potassium [15].

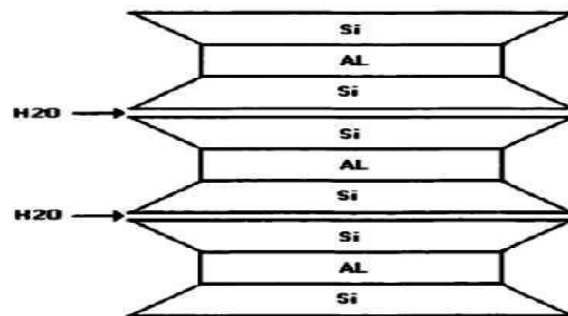


Figure I.12: Schéma de la structure de la montmorillonite [15]

I. 7 Microstructure de la bentonite :

I.7.1 Bentonite

Les bentonites sont des silicates d'alumine hydratés appartenant au groupe des Montmorillonites de formule brute : $\text{Si}_4 (\text{Al} (2-x) \text{R}_x) (\text{O}_{10}, \text{H}_2\text{O}) (\text{Cex}, n\text{H}_2\text{O})$ ou $\text{Si}_4 (\text{Al} (2-x) \text{R}_x) (\text{H}_2\text{O})_n$ avec : $\text{R} = \text{Mg}, \text{Fe}, \text{Mn}, \text{Zn}, \text{Ni}$ et Ce (cations échangeables) = $\text{Ca}, \text{Na}, \text{Mg}$.

La bentonite est une argile douée de propriétés de surface (caractère, affinité pour l'eau, capacité d'adsorption de composés électropositifs,...). [16]

I.7.2 Origine de la bentonite :

L'altération et la transformation hydrothermale de cendres de tufs volcaniques riches en verre entraînent la néoformation de minéraux argileux, qui font partie principalement du groupe des smectites. Les roches argileuses formées portent le nom de bentonite, d'après le gisement situé près de Fort Benton (Wyoming, Etats-Unis). Elle contient plus de 75% de montmorillonite, cette dernière fut découverte pour la première fois en 1847 près de Montmorillon, dans le département de la Vienne (France). En Algérie, les gisements de bentonites les plus importants économiquement se trouvent dans l'Oranie (ouest Algérien). On révèle en particulier la carrière de Maghnia (Hammam Boughrara) dont les réserves sont estimées à un million de Tonnes et de celle du Mostaganem (M'zila) avec des réserves de deux millions de Tonnes. [17]

I.7.3 L'utilisation de la bentonite :

Les propriétés spéciales de la bentonite (hydratation, gonflement, absorption d'eau, viscosité, thixotropie) font d'elle un matériel valable pour d'éventail utilisations et applications.

- La bentonite dans des applications de génie civil, est employée traditionnellement comme agent thixotropique, de soutien et de lubrifiant dans des murs.
- Les propriétés de l'adsorption/absorption de la bentonite sont très utiles pour la purification d'eau usées. Les directives environnementales communes recommandent les bas sols de perméabilité, qui est naturellement devraient contenir la bentonite, en tant qu'un matériel décachetage dans la construction et de réadaptation des remblais pour assurer la protection des eaux souterraines contre les polluants.
- Une autre utilisation conventionnelle de bentonite, comme constituant de boue pour le forage de puits d'eau de pétrole.
- En médecine, la bentonite est employée comme antidote dans l'empoisonnement de métal lourd.
- Les catalyseurs chimiques modifiés d'argile trouvent des applications dans une gamme diverse des fonctions où la catalyse acide est un mécanisme principal. de plus et en particulier, ils sont utilisés dans les processus d'alkylation pour produire des additifs de carburant [5].

I.7.4 Argile et environnement :

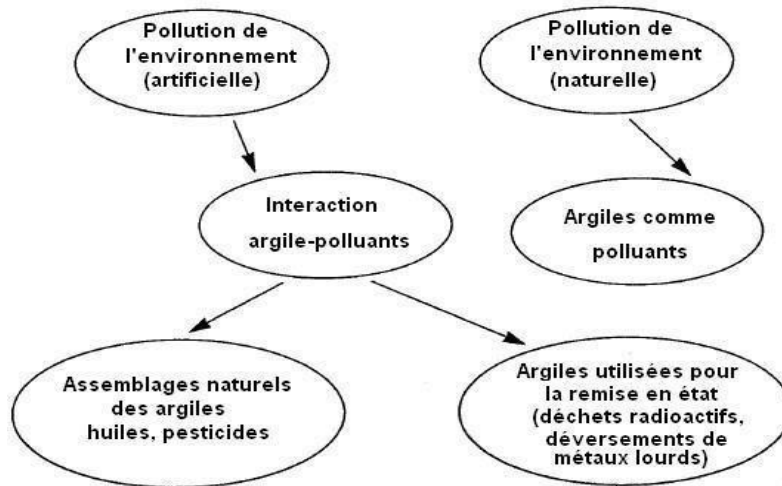
Dans le domaine environnemental, les argiles ont un rôle important dans la résolution de divers problèmes environnementaux et leur utilisation augmente significativement :

- rôle des argiles dans les sols contaminés dans le transport des isotopes radioactifs et leur réactivité vis-à-vis de ceux-ci (exemple : rétention du ^{137}Cs après l'accident de Tchernobyl);
- rôle vis-à-vis des pesticides et des éléments métalliques dans les sols ;
- rôle de barrière d'étanchéité dans les décharges ;
- rôle dans la santé.

Suite aux propriétés d'adsorption des argiles et leur capacité à former des complexes organo-minéraux, ils interviennent dans l'élimination des polluants dans les eaux naturelles et dans les sols. Ces polluants peuvent être rapidement piégés, mais l'efficacité du processus

d'adsorption dépend des propriétés et de la concentration de ces derniers et d'autres facteurs environnementaux qui affectent les propriétés de surface des argiles.

L'argile utilisée dans nos études est le bentonite, les détails concernant la structure et les propriétés de ce silicate sont fournis dans ce qui suit.[14]



FigureI .13: Rôle des argiles dans l'environnement [4].

I. 8. Perte au feu :

Lors de la chauffe d'un minéral, on peut avoir : une perte de masse du fait du départ des espèces volatiles : c'est la perte au feu, La « perte au feu » ou « LOI » (loss on ignition en anglais) est donc simplement la différence de masse :

perte au feu = masse avant calcination (m_0)- masse après calcination (m_1) on l'exprime parfois en pourcentage [18].

$$\text{Perte au feu(PF) (\%)} = 100 \times (m_0 - m_1) / m_0. \quad (I .1)$$

Ce paramètre ne s'applique qu'aux échantillons solides (sols, sédiments, boues, déchets). Il est exprimé en pourcentage en masse de la matière sèche [19].

I.9.Structure poreuse d'un adsorbant

Les adsorbants présentent une texture poreuse extrêmement variée, qui dépend de la nature de la matière de départ et du mode d'activation.

Le réseau poreux d'un adsorbant est constitué de pores de tailles généralement différentes dont la distribution varie selon la nature du matériau. La classification des pores

adoptée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC) est fondée sur leur taille, il existe trois catégories de pores :

- ✓ Les micropores dont le rayon est inférieur à 2 nm,
- ✓ Les mésopores dont le rayon est compris entre 2 et 50 nm,
- ✓ Les macropores dont le rayon est supérieur à 50 nm.

Chaque type de pores joue un rôle particulier dans le phénomène d'adsorption. Les micropores déterminent pratiquement à eux seuls la capacité d'adsorption d'un adsorbant. Ils représentent presque la totalité de la surface et du volume offerts à l'adsorption (tableau I-1). Les macropores et les mésopores constituent les voies de passage vers les micropores [20].

Tableau I.1: Répartition des pores d'un adsorbant [20]

Désignation	Rayon moyendes pores (nm)	Volumeporeux(cm ³ /g)	Surface spécifique(m ² /g)
Micropores	< 2	0,2 – 0,6	400 – 900
Mésopores	2 – 50	0,02 – 0,1	20 – 70
Macropores	> 50	0,2 – 0,8	0,5 – 2

I.10 .Calcination des matériaux argileux :

La calcination est une technique de préparation d'échantillon utilisée en chimie analytique. Elle consiste à chauffer l'échantillon sous l'air à haute température (typiquement 500 à 1000°C) pour provoquer des réactions physiques et chimiques et mettre ainsi l'échantillon dans un état de référence.

En effet, un certain nombre de propriétés des matériaux dépendent de la température et de l'historique de l'échantillon comme par exemple de l'humidité. La calcination permet de l'abstraire de ces effets et donc d'avoir des mesures reproductibles, de pouvoir comparer différents échantillons. En revanche, il faut être conscient que l'échantillon analysé n'est pas l'échantillon prélevé [21].

I.11. Activation thermique des matériaux argileux :

L'activation est un procédé classique qui consiste à améliorer les propriétés d'adsorption de l'argile en lui faisant subir un traitement chimique ou thermique. L'activation en général dépend de paramètres suivants :

- Le rapport liquide- solide,
- La température d'activation,
- La durée d'activation,
- La nature et la concentration de l'agent activant [17].

L'activation thermique est une exposition de l'argile à la chaleur pouvant atteindre quelques centaines de degrés pour un certain temps.

Le traitement thermique provoque quelques modifications dans la structure de l'argile. Le départ de l'eau d'hydratation (eau interfoliaire) est presque total à 220°C environ tandis que le départ de l'eau constitution et des hydroxyles des octaèdres ont lieu à des températures plus élevées, dans le domaine 220 à 350°C, cette déshydratation libère des sites et accroît la surface spécifique de l'argile, alors que la capacité d'adsorption du matériau traité est améliorée. [11]

I.12.METHODES D'ANALYSE

I.12.1. Spectroscopie Infrarouge

La spectroscopie infrarouge est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. On distingue trois domaines infrarouge:

- Le proche infrarouge : 15000 - 4000 cm^{-1}
- Le moyen infrarouge : 4000 - 400 cm^{-1}
- L'infrarouge lointain : 400 - 10 cm^{-1}

Sous l'effet d'un rayonnement électromagnétique infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon des mouvements de différents types. Ces vibrations impliquent une variation du moment dipolaire de la molécule et créent un champ électromagnétique périodique qui absorbe la radiation électromagnétique de même fréquence. L'intensité d'absorption est proportionnelle au carré de la vitesse de variation du moment dipolaire. Les fréquences d'absorption correspondent aux fréquences des vibrations moléculaires.

Le spectre de vibration dépend des forces interatomiques et la spectroscopie infrarouge peut être considérée comme une méthode d'analyse sensible aux environnements locaux. Elle est applicable aux solides, cristallisés comme amorphes, aux liquides et aux gaz.

- Dispositif utilisé

L'appareil utilisé est constitué principalement d'une source émettant un faisceau infrarouge, un interféromètre de Michelson (permettant de moduler les longueurs d'onde du faisceau) et d'un détecteur (**Figure I.13**).

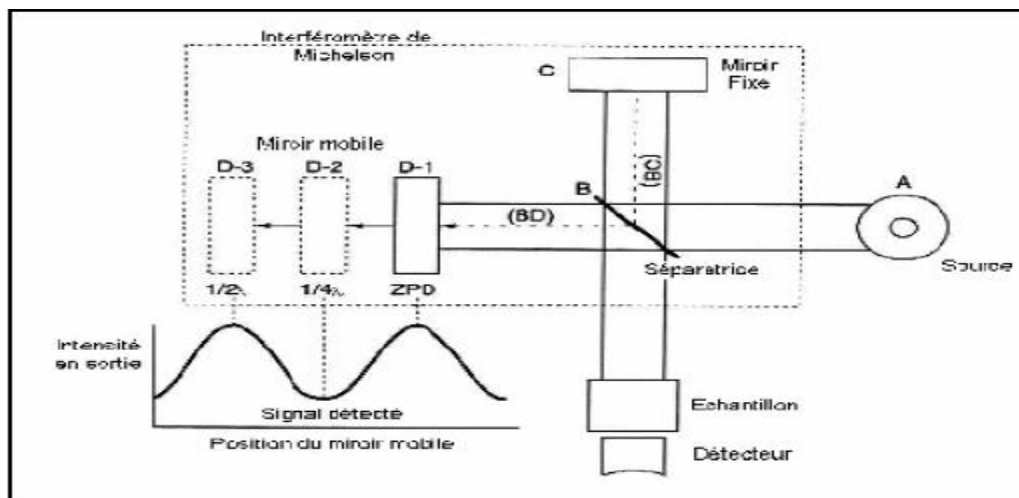


Figure I.14 : Schéma de principe d'un spectromètre à transformée de Fourier.

Le principe consiste à envoyer un rayonnement infrarouge sur l'échantillon, qui va en absorber une partie. Ceci va entraîner une diminution de l'intensité transmise ou réfléchie pour les longueurs d'ondes auxquelles le matériau absorbe. Les résultats sont présents sous forme d'un spectre infrarouge. Le domaine infrarouge étudié situé en nombre d'onde entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} , est le domaine de vibration des molécules. Les bandes du spectre obtenu correspondent aux différents modes vibrationnels des groupements chimiques (élongations et déformations). Le spectre permet de déduire le type de groupement chimique (longueur d'onde) et leur concentration qui est reliée à l'intensité de l'absorption. [22-25]

I.13. Purification des argiles :

L'objectif de la purification est d'éliminer les minéraux non argileux associés aux argiles afin d'obtenir des fractions argileuses pures, les plus représentatives de l'argile initiale. Ainsi, cherche-t-on à conserver l'ensemble de la granulométrie d'une argile (pas de séparation à $2\text{ }\mu\text{m}$ par exemple) et dans le cas de l'argilite du COx, l'ensemble des différentes familles

d'argiles dont elle est constituée (smectites, illites, interstratifiés illite-smectites, kaolinite, chlorites). Les argiles purifiées sont également homoïonisées afin d'avoir un état initial comparable pour les différentes familles d'argile. Lantenois (2003) a montré dans le cas des smectites, que la nature des cations interfoliaires et donc l'état d'hydratation de l'argile a une influence sur la réactivité de celle-ci. Le sodium favorise la réaction avec le FeO en permettant une ouverture des feuillets plus importante que dans le cas du calcium, du magnésium ou encore du potassium. Les argiles purifiées sont donc homoïonisées au sodium dans cette étude. [26]

La purification physico-chimique des argiles se déroule en plusieurs étapes : décarbonatation, échanges sodiques, rinçages par dialyse et décantation. Trois semaines sont nécessaires à la réalisation d'une purification complète. Le protocole est adapté à chacune des argiles, en fonction des caractéristiques de celles-ci et des impuretés à éliminer. Après purification, un trien taille est réalisé pour certaines argiles (smectites et illite). Le tri des particules en taille se fait par centrifugations successives à vitesse croissante selon la méthode décrite par Michot *étal.* (2004). [26]

I.14. Conclusion générale

Cette étude bibliographique montre les divers types de minéraux argileux et leurs propriétés physico-chimiques ainsi que la calcination et l'activation thermique de ces derniers puis les méthodes d'analyse et la purification des argiles.

L'étude bibliographique réalisée nous a permis de passer en revue les divers types d'argiles susceptibles d'exister et d'identifier leurs principaux constituants minéralogiques.

Nous nous sommes particulièrement intéressés aux propriétés de la bentonite.

Le principe de la calcination et l'activation thermique a été également brièvement discuté, Nous avons terminé cette partie théorique par un test de purification des argiles.

BIBLIOGRAPHIE

- [1]KHELIFA .M, Adsorption d'un produit pharmaceutique par une argile de type 1 :1 modifiée chimiquement, mémoire de fin d'étude de master académique, Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem, faculté des sciences et technologie, 2019
- [2] BOUTARFA.M, Caractérisation physique et rhéologique de la bentonite de Maghnia , mémoire de magister ,p12 . Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed BOUDIAF, 2012
- [3] AMROUCHE .L, Etude de pouvoir de sorption du cuivre II, du zinc II et des poly phénols par les bentonites sous l'effet des irradiations micro-onde, Université de Mouloud Mammeri de TIZI-OUZOU .P.3-5 ,2011.
- [4]AMAR .H, Etude De l'adsorption et teste d'élimination de phényle parabène sur une argile naturelle. UNIVERSITE Dr. MOULAY TAHAR SAIDA FACULTE DES SCIENCES 17 ,40 ,2019
- [5] HAMMOU.S, GABOUSSA.S, Elimination des polluants organiques par adsorption sur bentonite de Touggourt, mémoire de master, p 27, UNIVERSITE ECHAHID HAMMA LAKHDAR EL-OUED FACULTE DE LA TECHNOLOGIE ,2016
- [6] MEHDI.F, Modification de la bentonite par un sel de diphosphonim – Applications à l'adsorption des colorants textiles (rouge, bleu et jaune Bemacide), mémoire de master p 2, UNIVERSITEABOU BEKR BELKAID-TLEMCEN ,2014
- [7] BOUZID.S, Adsorption des différents polluants sur des argiles diplôme de magister Université des Sciences et de la Technologie d'Oran « Mohamed Boudiaf » .P 3-4, 2010
- [8]*Master - Chimie Fondamentale Page 16,Année : 2012/2013 PFE*
- [9] BOUNA.L, Fonctionnalisation des minéraux argileux d'origine marocaine par TiO₂.En vue de l'élimination par photocatalyse de micropolluants organiques des milieux aqueux. Thèse de doctorat 40 ,41. L'institut national polytechnique de Toulouse, 2012.
- [10] ABDELAALI.B, Préparation et caractérisation d'argile modifiée-Application à l'adsorption de colorants, mémoire de master, p 7, UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID – TLEMCEN, 2018

- [11]BELAMRI .I, BOUREMMADHIOUL .S, Synthèse de molécule pharmaceutique par catalyse hétérogène en présence de la montmorillonite traitée, mémoire de master, p 6 ,7 Université Mohammed Seddik Ben Yahia- Jijel, Faculté des Sciences et de la Technologie 2019
- [12] TRUCH .C, caractérisation et quantification des minéraux argileux dans les sols expansives par spectroscopie infrarouge aux échelles du laboratoire et du terrain, thèse de Doctorat ; université de Toulouse, p (58, 59,60), 2010
- [13]KAFI.B, Préparation et Caractérisation de Bentonite Modifiée par un Polyoxométallate Application à l'adsorption du Bleu de Méthylène; mémoire de Master ;UNIVERSITE BADJI MOKHTAR- ANNABA ,2019
- [14]MEROUFEL .B, Adsorption des polluants organiques et inorganiques sur des substances naturelles Kaolin, racines de Calotropisprocera et Noyaux de dattes, Thèse de Doctorat p (11 ,12) Université de Lorraine 2015.
- [15] CHEGAAR.O, DJERIBIAI.W, Elimination de polluant organique (phénol) par adsorption sur argile naturelle, mémoire de master Université Echahid Hamma Lakhdar - El Oued, FACULTE DE LA TECHNOLOGIE ,2018
- [16] BOUGDAH .N, l'Université 20 Août 55, Skikda Faculté des Sciences et Sciences de l'Ingénieur, mémoire de magister, p 39 ,2007
- [17] FEDDAL. I, « contribution a l'élimination d'un polluant organique, en milieu hydrique : bleu de methylene (bm), sur des materiaux argileux modifies », thèse de doctorat 32, Université Djillali Liabes faculte des sciences exactes Sidi Bel Abbes, 2016
- [18] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Calcination>
- [19] <http://id.eaufrance.fr/par/6578>
- [20]Dubinin.M, «Porous structure and adsorption properties on active carbon » Chemistry and physics carbon, New York, (1966) 51
- [21].http://skoh.hei.fr/index.php?option=com_content&view=article&id=92:calcination&catid=56:manip-generales&Itemid=75
- [22]LAU, INFRARED W.S. characterization for microelectronics, World Scientific, 1999.
- [23]HAMM.P, Lim. M.H, HOCHSTRASSER, R.M, Phys.J Chem. B, 102 (1998) 6123.
- [24]MUKAMEL. S, Annual Review of Physics and Chemistry 51(2000) 691.

[25] DEMIRDÖVEN.N, CHEATUM. C.M., Chung. H.S, KHALIL.M, KNOESTER.J, TOKMAKOFF.A,J, AmericanChem. Soc, 126 (2004) 7981.

[26] RIVARD .C, Contribution à l'étude de la stabilité des minéraux constitutifs de l'argilite du Callovo-Oxfordien en présence de fer à 90°C, thèse de doctorat, p (68 ,69),Institut National Polytechnique de Lorraine ,Ecole Doctorale RP2E (Sciences et Ingénierie Ressources Procédés Produits Environnement),2011

oo

CHAPITRE II

ETUDE DE L'EFFET DE LA TEMPERATURE ET DU TEMPS DE CALCINATION D'UN MATERIAU ARGILEUX

II.1. INTRODUCTION

Le travail réalisé consiste à étudier l'effet de la température et du temps de calcination d'un matériau de base aluminosilicate à l'état naturel (argile brute), L'étude menée consiste en un suivi de la détermination de la perte au feu.

II.2. prélèvement et préparation du matériau argileux :

Le matériau argileux que nous avons utilisé dans notre travail est une bentonite locale riche en montmorillonite ; elle provient du gisement de Mostaganem (ouest d'Algérien)

(Figure II.1).



Figure II.1. Argile brute sous forme d'une roche

L'échantillon prélevé a subi les opérations suivantes réalisées au sein de notre laboratoire (**figure II.2**) :

- a. Concassage des roches d'argile en morceaux par un mortier,
- b. Séchage dans l'étuve pendant 24 heures (à $T = 60^{\circ}\text{C}$),
- c. Broyage des morceaux d'argile dans un broyeur,
- d. Tamisage de la poudre d'argile, en utilisant le tamis à 0,125mm
- e. Obtention d'une argile sous forme d'une poudre.



Figure II.2. Préparation de l'argile : broyage et tamisage

II.3.Méthode de caractérisations, Résultats et Interprétations

II.3.1. Spectroscopie Infrarouge

La spectroscopie infrarouge demeure une méthode très utilisée pour compléter les constatations faites sur la structure des argiles par diffraction des rayons X. Elle permet de rendre compte des modifications à l'intérieur d'un réseau cristallin et fournit des renseignements précieux sur les molécules d'eau adsorbées et les groupements hydroxyles structuraux des minéraux argileux [1-4].

Le spectre infrarouge a transformé de Fourier (FTIR) a été réalisé à l'aide d'un spectrophotomètre de type « Shimadzu Prestige-21» (qui se trouve au sein du laboratoire de recherche SEA2M, université de Mostaganem), sur une gamme de fréquence de 400 à 4000cm^{-1} , nous avons préparé le mélange à analyser en utilisant la technique de la pressé). Pour cela, l'adsorbant a été intimement mélangé avec environ 100 mg de KBr sec en poudre.



Figure II. 3. technique des pastilles

Le spectres IR de l'argile brute utilisé dans notre étude est illustré dans la (figure II.4)

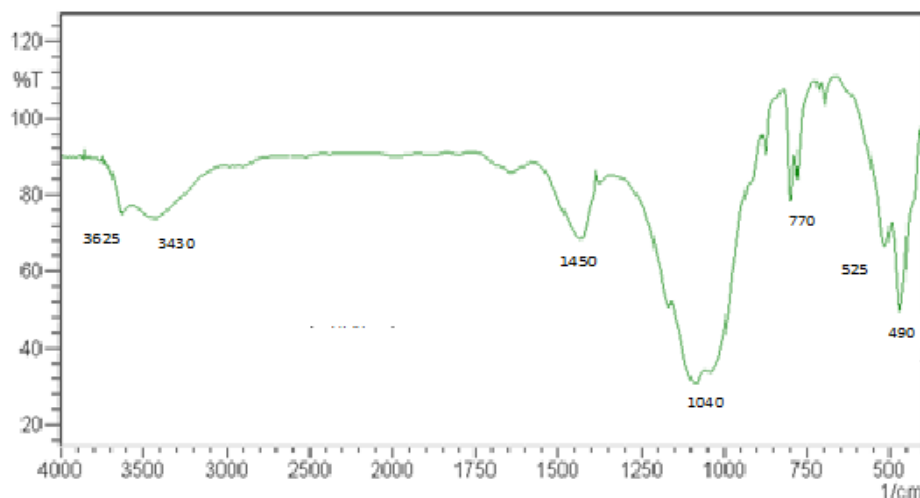


Figure II.4. Spectre FTIR de l'argile brute.

L'examen du spectre infrarouge de l'échantillon Argile brute, fait apparaître les bandes des groupements OH ; liaison Si-O et liaison M-OH avec (M= Al, Fe, Mg...). En tenant compte des données bibliographiques relatives aux vibrations en spectroscopie IR sur les argiles ; on peut faire les constatations suivantes [5-6].

Groupement OH

Les spectres montrent deux bandes d'absorption entre 3200 et 3750 cm^{-1} et entre 1600 et 1700 cm^{-1} .

- ❖ La bande située entre 3200 et 3750 cm^{-1} , avec un épaulement à 3622 cm^{-1} caractérisant la montmorillonite, correspond aux vibrations d'élongation des groupements OH de la couche octaédrique.
- ❖ La bande qui s'étale entre 1600 et 1700 cm^{-1} est attribuée aux vibrations de valence du groupement OH de l'eau de constitution plus les vibrations de liaison d'eau adsorbée.

Liaison Si-O

Les liaisons Si-O sont caractérisées par les bandes d'absorption suivantes :

- ❖ Une bande intense située entre 900 -1200, centrée vers 1040 cm^{-1} , correspond aux vibrations de valence de la liaison Si-O.
- ❖ Les bandes situées à 525, 466 et 422 cm^{-1} sont attribuées respectivement aux vibrations de déformation de liaisons Si-O-Al, Si-O-Mg et Si-O-Fe.

Liaison M-OH (avec M= Al, Fe, Mg)

- ❖ Des bandes caractéristiques des vibrations de déformation Al-OH apparaissent entre 770 et 800cm⁻¹.
- ❖ Le partage du groupement OH entre les atomes Fe et Al en position octaédrique peut déplacer les vibrations Al-OH vers environs 680,794 cm⁻¹.
- ❖ Les vibrations Mg-O et Mg-OH (confondues avec celle de Si-O) sont localisées respectivement à 515 et 490 cm⁻¹.

II.3.2. Composition chimique de l'argile brute

Les analyses de la composition chimique de l'argile brute (bentonite) par la fluorescence X issue du gisement de Mostaganem sont effectuées au laboratoire de la cimenterie Lafarge de Oggaz- Sig. Wilaya de Mascara. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau II.1.

Tableau II.1.Composition chimique de bentonite.

Composition chimique	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	Ti ₂ O	Perte au feu (P.F)
% en poids	60,49	12,7	2,70	3,60	2,29	2,28	1,55	0,30	13,8

Les résultats des analyses chimiques montrent que La silice et l'alumine sont les oxydes constitutifs majoritaires dans notre argile (tableau II.1), en effet le rapport de SiO₂/Al₂O₃ égale à 4,76 pour la bentonite naturelle. Ceci montre que cette argile est de type Montmorillonite (SiO₂ supérieure à 60%). Certains chercheurs présentent ce rapport comme le degré de pureté d'une bentonite en son contenu de montmorillonite [7].

Le rapport de % de calcium sur celui de sodium indique que cette dernière est de type calcique.

II.3.3. Mesure du pH

La mesure du pH de la suspension argileuse est très importante pour la détermination de la nature de la surface de notre échantillon.

Pour cela, 1 g de chaque matériau calciné à différente température : 500, 600, 700, 800 et 1000 °C. (Les solides obtenus, nommés A500, A600, A700, A800 et A1000) est mis en solution

aqueuse par addition de 100 ml d'eau distillée (à pH neutre). La solution est agitée pendant 24 heures puis filtrée (**Figure II.5**).

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre à électrode en verre (**Figure II.6**) préalablement étalonné. La valeur du pH est notée après stabilisation. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau II.2 :



II.5 :Agitation des échantillons pendant 24 heures



Figure II.6 : pH-mètre

Tableau II.2. : Valeurs de pH d'adsorbants

Absorbants	pH
Argile brute (A brute)	9,340
Argile calcinée à 500°C (A500)	9,368
Argile calcinée à 600°C (A600)	10 ,450
Argile calcinée à 700°C (A700)	10,913
Argile calcinée à 800°C (A800)	10,194
Argile calcinée à 1000°C (A1000)	9,036

Les résultats montrent que la surface du matériau que ce soit brute ou calciné est de la nature basique.

II. 4. Effet de la température de la calcination de l'argile :

Dans cette partie nous allons nous intéresser à étudier l'évolution de la perte au feu en fonction de la température, de l'argile à différente température : 100, 200, 400, 500, 600, 700, 800 et 1000 °C. Le protocole expérimental suivant a été utilisé :

- Pesez une certaine masse initiale **mi**, de l'argile brute,
- Mettez cette masse dans le four en utilisant un creuset à température T=100 °C ; pendant 2heures avec un pas de 10°C par min (figure II.6)
- Pesez la masse finale mf après le refroidissement du matériau,
- Calculez la perte au feu (PF) de cet échantillon,
- Répétez l'ensemble des étapes précédentes aux températures 200, 400, 500, 600, 700, 800 et 1000 °C. les résultats sont regroupés dans le tableau II.3. et la figure II.8

$$PF (\%) = 100 \times (m_i - m_f) / m_i \quad (II .1)$$

PF : Perte au feu

mi : la masse initiale d'argile

mf : la masse finale d'argile

Tableau II.3. L'évolution de la perte au feu en fonction de la température de la calcination de l'argile brute

T(C°)	100	200	400	500	600	700	800	1000
mi(g)	4,027	3,183	3,069	4,026	4,059	4,066	4,079	4,120
mf(g)	3,871	3,027	2,901	3,775	3,753	3,576	3,586	3,627
PF (%)	3,873	4,901	5,474	6,234	7,538	12,051	12,086	11,966

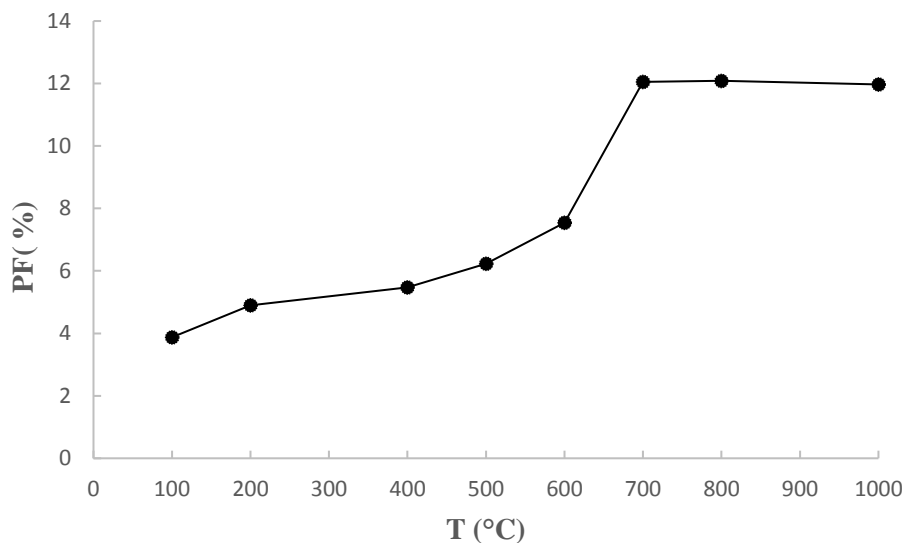


Figure II.7 : L'évolution de la perte au feu de la calcination de l'argile brute en fonction de la température

Les résultats de la (Figure II.7) montrent que la perte au feu augmente avec l'augmentation de la température de la calcination du matériau : Les pertes de masses enregistrées s'effectuent en plusieurs étapes : La première perte au feu du matériau se fait entre la température 100 °C et 200°C qui correspond au départ de l'eau d'adsorption (eau interfoliaire) , tandis que la seconde perte, est observée entre 250 et 500°C. Au-delà de 600°C jusqu'à 700°C, la perte de masse produite par l'augmentation de la température est attribuée à la fois à la désorption de l'eau de structure et à la décomposition des carbonates due à l'évaporation de l'eau de constitution et des hydroxyles (OH⁻) des octaèdres contenue dans l'argile [8,9]. Cette déshydratation libère des sites acides et accroît la surface spécifique de l'argile [10,11]. Une dernière perte au-delà de 700°C jusqu'à 1000 °C c'est ligne droite signe de l'absence de perte et la reconstitution des minéraux argileux [12] .par conséquent la capacité d'adsorption du matériau traité est améliorée.

II. 5. Effet du temps sur la calcination de l'argile à T = 700 °C :

Dans cette étape nous avons étudié l'évolution de la perte au feu en fonction du temps de la calcination de l'échantillon A700 (argile traitée thermiquement à 700 °C), ou le matériau est devenu stable.

Le protocole expérimental suivant a été utilisé :

- Pesez une certaine masse initiale **mi** de l'argile brute,
- Mettez cette masse dans le four en utilisant un creuset à la température T = 700°C ; pendant 1 heure, avec un pas de 10°C par min ,
- Pesez la masse finale **mf** après le refroidissement du matériau,
- Calculez la perte au feu (PF) de cet échantillon,
- Répétez l'ensemble des étapes précédentes aux temps : 2h. 4h, 6h et 8h

Les résultats sont regroupés dans le (tableau II.4)

Tableau II.4. L'évolution de la perte au feu en fonction du temps de l'argile calcinée à 700°C

Temps(h)	1	2	4	6	8
mi(g)	5,002	5,001	5,006	5,003	5,004
mf(g)	4,895	4,897	4,884	4,87	4,83
PF (%)	2,139	2,0795	2,437	2,658	3,467

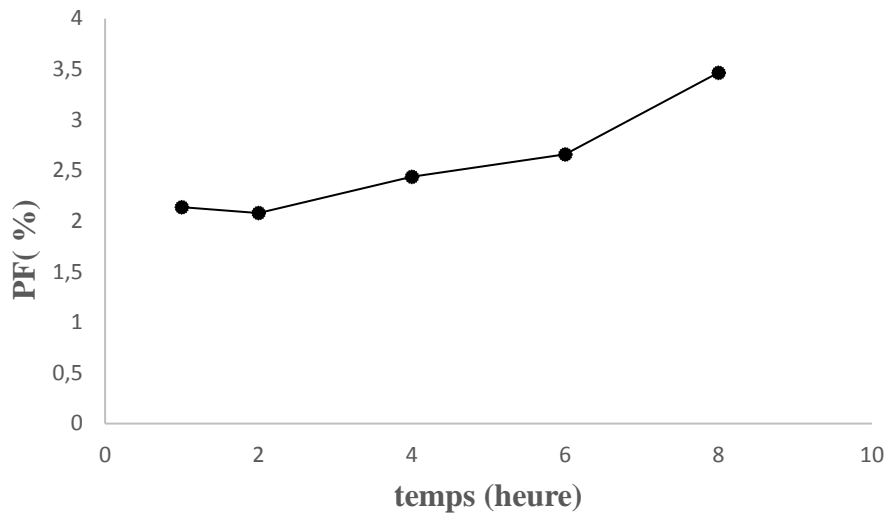


Figure II.8: L'évolution de la perte au feu de l'argile calcinée à 700°C en fonction du temps

Les résultats montrent que la perte au feu de l'échantillon A700 et le temps de traitement thermique évoluent de manière importante. Ceci pourrait être attribué à la modification de la structure ou disparition de quelque phase en fonction du temps de calcination de notre matériau. A cette température, nous avons remarqué aussi un changement de la couleur du matériau de l'état initiale à l'état finale après calcination (gris au marron).(**Figure II.9**)



Argile brute

Argile après calcination à 700°C

Figure II.19 : changement de la couleur de l'argile brute après calcination à T=700 °C(A700)

II.6. Test de purification et modification de l'argile :

La purification des argiles est une opération qui permet d'une part d'éliminer les substances non argileuses de l'échantillon et d'autre part de rendre l'argile homo-ionique

Remplacent tous les cations compensateurs par un seul type de cation [13].

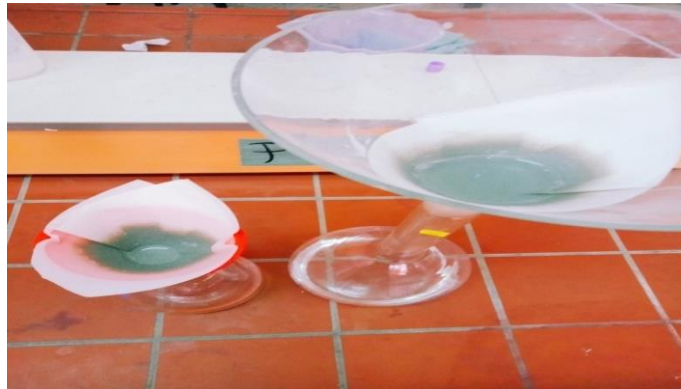
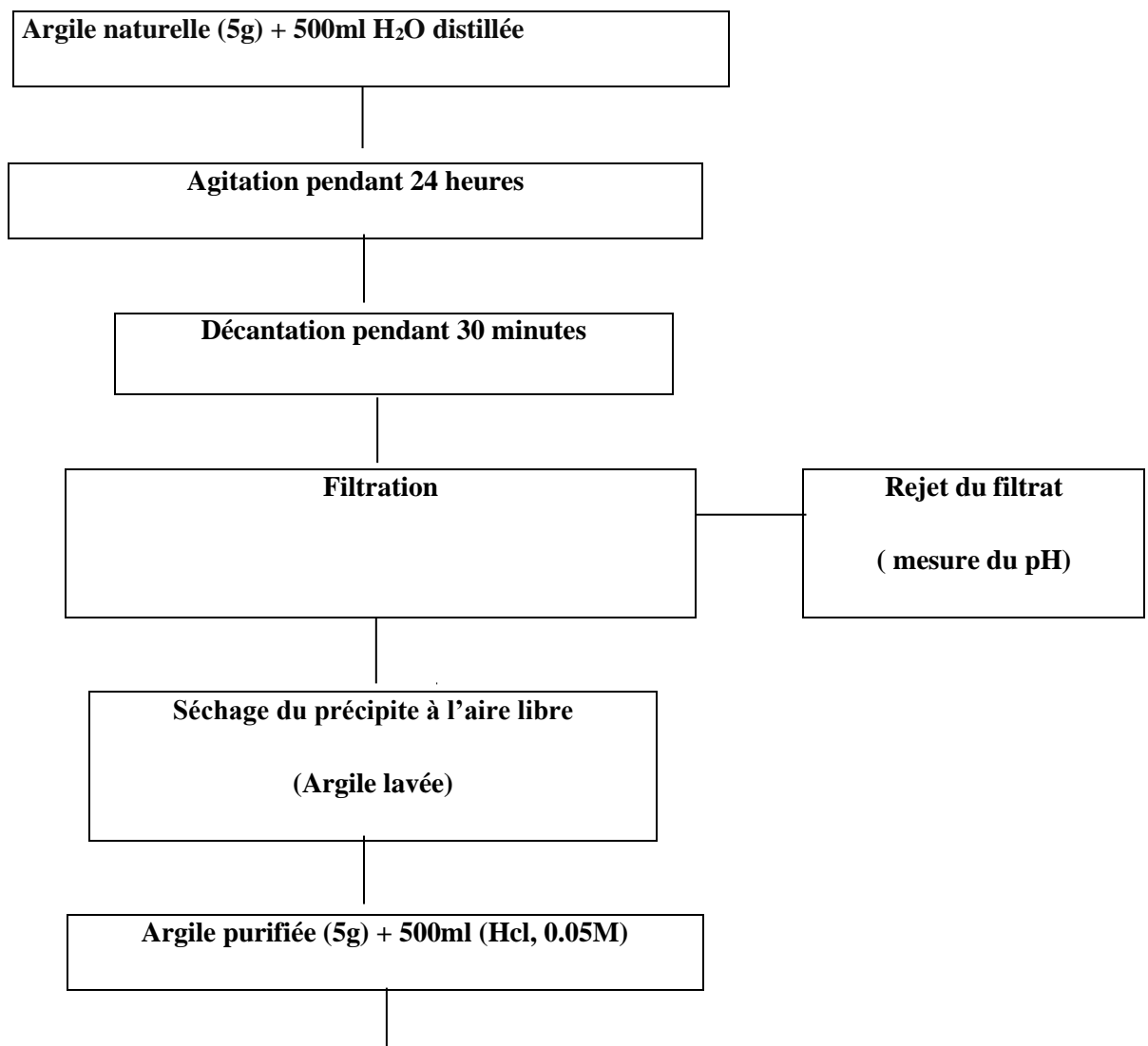


Figure II.10 : filtration de l'argile pour faire la purification

Le protocole de la purification est montré dans le schéma suivant :



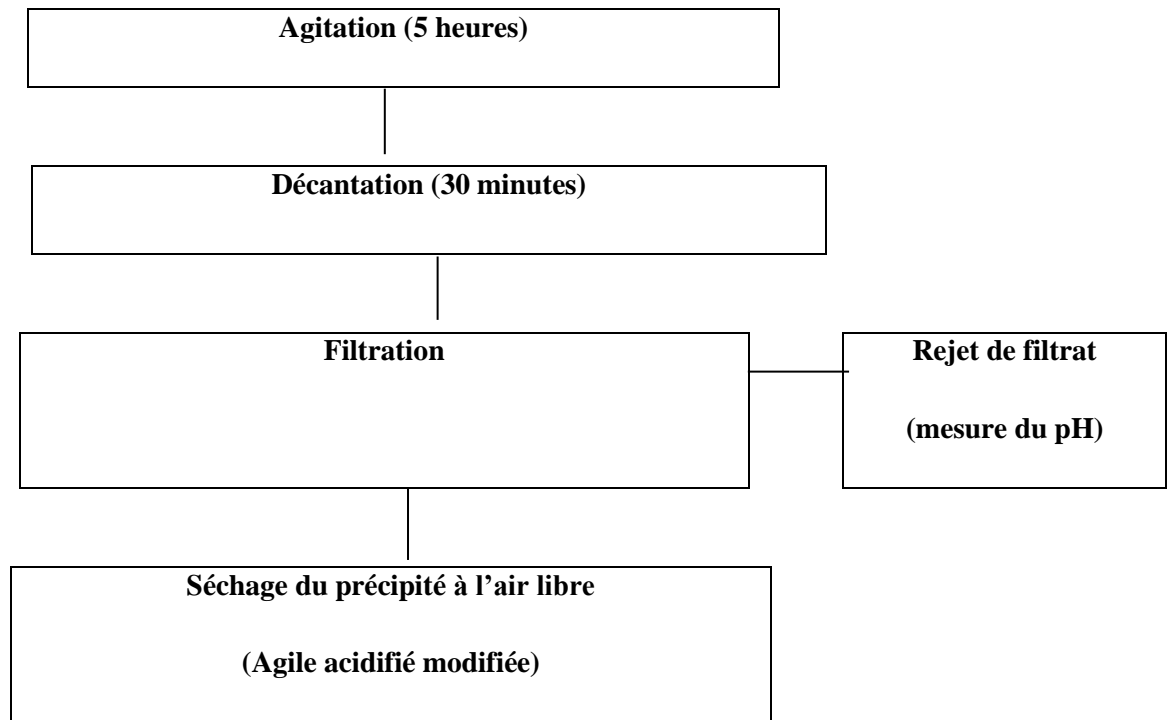


Figure II.11 : Procédé de traitement de l'argile (lavage avec H₂O, attaque acide)

II.7. Conclusion

Dans la deuxième partie de notre étude, nous avons présenté l'ensemble du travail expérimental concernant le prélèvement et préparation d'un matériau argileux qui provient de Mostaganem, les différentes techniques physico-chimiques utilisées pour caractériser notre échantillon sont : la Spectroscopie Infrarouge, la composition chimique du matériau et la mesure de pH. L'évolution de la perte au masse en fonction de la température a été étudiée, les résultats montrent que l'argile de notre région est une bentonite riche en montmorillonite, la surface du matériau que ce soit brute ou calciné est de nature basique. La perte au feu augmente avec l'augmentation de la température de la calcination du matériau qui est attribuée à la fois à la désorption de l'eau de structure et à la décomposition des carbonates contenue dans l'argile. La perte au feu de l'échantillon A700 et le temps de traitement thermique évoluent de manière importante. Nous avons aussi effectué un test de purification et modification du matériau brute afin d'éliminer les impuretés et d'améliorer la surface.

COCLUSION GENERALE

Cette présente étude avait pour objectifs, l'utilisation d'un matériau naturel abondant dans notre Pays qui est l'argile, pour étudier l'effet de la température sur la calcination de ce matériau.

Le prélèvement et la préparation de matériau (bentonite) ont été réalisés.

Les résultats expérimentaux ont prouvé que :

L'étude de la composition chimique a montré qu'elle est constituée en majorité de silice ; d'alumine et d'autre oxydes

- L'argile de notre région est une bentonite de type Montmorillonite; et a une structure de type TOT.
- la surface du matériau que ce soit brute ou calciné est de nature basique.
- la perte au feu augmente avec l'augmentation de la température de la calcination
- deux stades importants, autour de 100°C correspondant à la perte d'eau surfacique propre aux argiles de ce type, et l'autre localisé dans l'intervalle 400-1000 °C indique la dés-hydroxylation.
- La destruction de la structure du matériau initial jusqu'au $T = 700\text{ °C}$
- La perte au feu de l'échantillon A700 évolue de manière importante avec le temps de calcination.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] BENTAHAR, Y. Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines : application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse. thèse de doctorat ,p (58 ,59) COMUE Université Côte d'Azur (2015 - 2019). Université Abdelmalek Essaâdi (Tétouan), 2016.
- [2] BISHOP, J, MADEJOVA, J. The influence of structural Fe, Al and Mg on the infrared OH bands in spectra of dioctahedral smectites, *J. Clay Minerals*. 37(4), 2002, p.607-616.
- [3] MADEJOVA, J. FTIR techniques in clay mineral studies. *Vibrational Spectroscopy*. 31, 2003, p.1-10.
- [4] GIONIS, V, KACANDES.G.D, KASTRITIS.I.D, CHRYSSIKOS, G.D. On the structure of the palygorskite by mid-and near- infrared spectroscopy. *J. American Mineralogist*. 91, 2006, p. 1125-1133.
- [5] VICENTE-RODRIGUEZ, M, SUAREZ, A, LOPEZ-GONZALEZ, J.D .Comparative study of removal of octahedral cation and structural modification during acid treatment of several silicates, *Spectrochim. Acta Part A* 52, 1685-1694(1996)
- [6] AMRITPHALE, S, BHANSI, S, CHANDRA, N. Energy efficient process for making pyrophyllite –based ceramic tiles using phosphoric acid and mineralizers, *Ceramics International* (2005).
- [7] CHOUCANE, T, CHOUCANE, S, BOUKARI, A. Elimination du manganèse en solution par le kaolin, Etude cinétique et thermodynamique, *revue des Energies Renouvelables*, 16, 313-335(2013) .
- [8] EMMERICH, K, PLOTZE, M, KAHR, G. *Applied Clay Science*. 19 (2001) 143.
- [9] GONZALEZ-PRADAS, E, VILAFRANCA-SANCHEZ, M, DEL REY-BUENO, F, VALVERDE-GARCIA, A, GARCIA-RODRIGUEZ, J . *ChemTechnology and Biotech*. 52 (1991) 211.
- [10] PAWLIK, M, LASKOWSKI, J.S, ANSARI, A, *COLLOID.J. Interface Sci*. 260 (2003) 251

[11] LMKOVIC, P. M, MILIOLI, F.E, PAGLINSO, J. D .Thermochem. Acta 447 (2006) 161.

[12] DALI, N. Influence des cations échangés sur la modification structurale des Argiles et des Bentonites. Thèse de doctorat. Université de Mascara, Algérie 2021

[13]HAMMOU, S, GABOUSSA, S .Elimination des polluants organiques par adsorption sur bentonite de Touggourt, mémoire de master académique, p 37.UNIVERSITE ECHAHID HAMMA LAKHDAR EL-OUEDFACULTE DE LA TECHNOLOGIE, (2016)

oo