République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA

Faculté des Technologie

Département de Génie de Procédés et Environnement



MEMOIRE DE MASTER

En vue de l'obtention du Diplôme de master en Génie des Procèdes des matériaux

Thème

Contribution à l'étude des propriétés physico-chimique de l'argile rouge

Encadré par : Dr BELHADJ Abd-Elmouneim

Réalisé par :

- BOUGACI Amal

- SADOUKI Imen

2017/2018

Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu de nous avoir donné le courage, la patience et la volonté pour achever ce modeste travail.

Mon vif remerciement et ma profonde gratitude s'adressent à mon

Promoteur Dr Belhadj Abd-moueim

Je le remercie infiniment pour sa grande patience, ses encouragements, son aide et ses conseils judicieux, durant la réalisation du présent travail.

Je remercie également.

Mon père et ma mère qui ont pleinement aidé sur le terrain concernant

La collecte des échantillons.

Tous les enseignants du département génie de procèdes des matériaux.

Pour son aide de la recherche bibliographique.

Toutes les personnes qui ont contribuées de près et de loin

Dédicace

C'est avec un tré grand honneur que je dédie ce modeste travail aux personnes les plus chers au monde après mon ALLAH peur leurs sacrifices Peur le prophète de la miséricorde et de la lumière des mondes

Prophète Muhammad paix soit sur lui

A mes très chers parents il est la lumière de mes yeux, qui a sacrifie toute sa vie afin de me voir devenir ce que je suis. Merci mes parents
Et mon cœurs grande mère Messaouda

A mes sœurs Ratiba, Nabila, Saliha ,Zakia , Karima

A mes chers mon frère Said, Aziz , Kamal ,Malik , Fouad ,mohamad

A mes chers bourgeons Chaima, Amine ,Soumia , Marwa ,Mariam Khadija ,Monthir , rahim

A tout la famille BOUGACI surtout mes oncles et tantes A touts les enseignants qui ma guidée A touts mes collègues Naima ,Samira, Rabiaa, Souriya, fathia, Fatima, Saida Rima ,Souad ,Reguia ,Amira ,Hayat Surtout Imen et Naila et Rania .

AMAL BOUGACI

Dédicace

C'est avec un tré grand honneur que je dédie ce modeste travail aux personnes les plus chers au monde après mon ALLAH peur leurs sacrifices Peur le prophète de la miséricorde et de la lumière des mondes

Prophète Muhammad paix soit sur lui

A mes très chers parents il est la lumière de mes yeux, qui a sacrifie toute sa vie afin de me voir devenir ce que je suis. Merci mes parents

A mes sœurs : Naima, Dalila, Razika , Assia

A mes chers mon frère : Morad, Omar, Ahmade

A mes chers bourgeons khiradne, sidaili, Samah, Hania, Mohamade, Rafig

A tout la famille SADOUKI surtout mes oncles et tantes A touts les enseignants qui ma guidée A touts mes collègues Lamia, Khadidja, Issmahane, Rania, amal, Salima, Assma, Imane, Damia,

SADOUKI Imane

laliste des figure

figure	titre	page
1	Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaire dans une argile (cas d'une smectite)	07
2	Représentation des tétraèdres et des octaèdres	08
3	Représentation polyhédrale d'un feuillet trioctaédrique(a) etdioctaédrique (b)	08
4	Structure cristalline de la kaolinite d'apres Bish and Von Dreele (1989)	10
5	Représentation schématique de la structure (a) d'une argile TO de type kaolinite et (b) d'une argile T-O-T de type montmorillonite	13
6	Conséquence du gonflement des argiles dans la déstructuration d'un sol	17
7	Abaque pour identification des sols gonflants	21
8	Domaines d'études des argiles	22
9	Spectres infra rouge des argiles utilisées	27
10	Photographie d'observation au microscope électronique à balayage de l'argile marneuse (x300)	30
11	courbe caractéristique des éléments présents à la surface de l'échantillon	30
12	Photographie de l'argile poterie	31

13	Représentation de Façonnage pâte argileuse	32
14	Photographie de séchage des produits façonnes	33
15	photographie d'une poterie artisanale recuite élaborée par l'argile rouge qui fait l'objet de notre étude	34
16	Photographie de l'argile rouge et l'argile blanche	36
17	Photographie présent l'appareillé de microscope optique	37
18	formation de l'image (principe optique)	38
19	Photographie présente le pH-mètre	39
20	présenté le papier pH	40
21	présent 'échelle de l'acidité	40
22	Photographie présente Etuves de séchage	41
23	Photographie présente le balance	42
24	Photographie présente le montage de sepectroscopie IR	43
25	représente léchele de IR	43
26	Photographie présente spectrophotomètre uv-visible	44
27	présenté une cuve	45
28	photographie présenté un four de recuit de poterie	46
29	photographie présenté le Granulométrie	47
30	photographie présente la centrifugeuse	48
31	photographie présente la colonne des tamis de l'analyse granulométrique	50

32	photographie présente la Conséquence du gonflement de l'argile rouge	52
33	photographié présente des pièces d'argile avant le recuit	52
34	photographie présente le pH de solution avant la filtration	53
35	photographie présente le pH de solution après la filtration	54
36	photographie de titrage après la filtration	54
37	photographie présente le mesure du pH de solution	55
38	photographie présente changement le colure de solution	56
39	schématiser représente la neutralisation d'une solution d'acide	57
40	Une photographie présente Influence des adsorbants (AR et AB) sur l'adsorption du bleu de méthylène	58
41	Courbes granulométriques du l'argile rouge	60
42	photographie de structure de l'argile rouge obtenue par une observation métallographique	62
43	représente la variation du pH on fonction du HCl	63
44	Courbe présente la variation du pH on fonction du NaOH	64
45	Spectre infrarouge de l'argile rouge naturelle.	65
46	Spectre infrarouge de l'argile rouge recuit	66
47	la courbe d'étalonnage du bleu méthylène	68
48	Influence de la variation de la masse des adsorbants (l'argile rouge)Au point d'équilibre	69
49	Courbes granulométriques du l'argile blanche	70

50	photographie de structure de l'argile rouge obtenue par une observation métallographique	72
51	la courbe représente la variation du pH on fonction HCl du Au point d'équilibre	73
52	résultats de la neutralisation solution par NaoH	74
53	Spectre infrarouge de l'argile rouge naturelle.	75
54	Spectre infrarouge de l'argile rouge recuit	75
55	Influence de la variation de la masse sur l'adsorption bleue méthylène.	77

liste des tableaux

tableau	titre	page
1	Propriétés cristallines et variétés cristallographiques des kaolins	11
2	Propriétés physico-chimiques de kaolinite	11
3	Composition chimique de kaolinite	11
4	Propriétés cristallines d'halloysite hydraté et méta halloysite	12
5	Propriétés physico-chimiques de la montmorillonite	13
6	Propriétés physico-chimiques de l'illite	14
7	Surface spécifique des particules argileuses	16
8	classification des argiles selon leurs propriétés de gonflement	18
9	Capacité d'échange de cations (C.E.C) et surface spécifique totale (Sst)	19
10	Activité de différents minéraux (Skempton, (1953) et Mitchell, (1976**)**	20
11	composition chimique des argiles étudies	24
12	Analyse granulométrique des argiles étudiées	26
13	Les principales bandes d'absorption IR (cm^{-1}) des argiles étudiées	28
14	pourcentage massique des éléments présents à la surface de l'échantillon.	30
15	Résultats de la granulométrie du l'argile rouge	59
16	Taux d'humidité des matériaux (l'argile rouge	60
17	résultats du cuisson des échantillons de l'argile rouge	62
18	Résultats de titrage (solution avec l'acide chlorhydrique) de l'argile rouge	63
19	Résultats de mesure de pH des matériaux avec l'eau distillée	64
20	la concentration de défirent solutions l'argile(rouge)	Annex

21	Attribution des bandes de vibrations des spectres IR de l'argile rouge naturelle	66
22	Attribution des bandes de vibrations des spectres IR de l'argile rouge(recuit)	67
23	Résultats de la adsorbions	67
24	résultats du Influence de la variation de la masse de l'argile rouge sur l'adsorption de bleu méthylène	68
25	Résultats de la granulométrie du l'argile blanche	69
26	Taux d'humidité des matériaux (l'argile blanche	70
27	Résultats de recuisions des échantillons de l'argile blanche	72
28	Résultats de mesure de pH des matériaux avec l'eau distillée	73
29	la concentration de défirent solutions l'argile (blanche)	Annex
30	Résultats de mesure de pH des matériaux (l'argile blanche) avec l'eau distillée	74
31	Attribution des bandes de vibrations des spectres IR de l'argile blanche (naturelle)	76
32	Attribution des bandes de vibrations des spectres IR de l'argile blanche (recuit)	76
33	résultats du Influence de la variation de la masse de l'argile blanche sur l'adsorption de bleu méthylène	77
34	résultant des modèles expérimental	Annex

Sommaire :

Introduction générale …… 01

I - Chapitre I : Etude bibliographique

1 -Généralité sur l'argile …… 03

2-Définition …… 03

3-Origines géologiques …… 04

a- L'héritage …… 04

b- La transformation …… 05

c- La néoformation …… 05

4- Structure minéralogique des agriles …… 05

a-Minéraux argileux …… 06

1-La couche du tétraèdre de silice …… 07

2-La couche d'octaèdre d'aluminium ou éventuellement de magnésium… 07

5 - les familles de l'argile …… 09

a-Les argiles « cationiques » …… 09

b-Les argiles « anioniques » …… 09

6-Groupes des argiles …… 09

a-Kaolinite …… 09

1-Propriétés cristallines de kaolinite …… 10

2-Propriétés physico-chimiques …… 11

3-Halloysite ($Al_2O_3.2SiO_2.4H_2O$) …… 12

b-Montmorillonite …… 12

1-Propriétés physico-chimiques …… 13

c-Illite …… 14

1-Propriétés physico-chimiques …… 14

7-Propriétés et rôle des minéraux argileux …… 15

8 - Propriétés des argiles …… 15

1-Forme et surface spécifique …… 15

2 -Degré d'hydratation …… 17

3-Capacité d'échange cationique …… 18

4. activité des argiles …… 19
5-Acidité des argiles …… 21
9- Domaines d'études …… 21
10 Les méthodes d'analyse …… 23
a-Analyse de la composition chimique par spectrométrie de fluorescence X 23
b-Analyse Granulométrique …… 25
c-Analyse par Spectroscopie infrarouge …… 26
1 - Argile marneuse …… 27
2 - Argile Djabel Dabbegh …… 28
d-Microscopie électronique à balayage …… 29
11 - l'exploitation des argiles …… 31
A- dans le domaine de la céramique …… 31
B - Dans Le domaine de l'argile poterie …… 31
1-Techniques de fabrication de l'argile poterie ……... 32
a-Préparation de la pâte …… 32
b-Façonnage …… 32
c-Séchage …… 33
d-Cuisson …… 34

Chapitre : méthode et moyens expérimenta

I – Introduction …… 36
II – Matériaux utilisés …… 36
III- Matériels utilisés …… 36
1-Microscope optique …… 37
2- PH-mètre …… 38
3- Papier pH …… 39
4-Etuve …… 40
5-La balance …… 42
6-La spectroscopie infrarouge (parfois désignée spectroscopie IR…… 43
7-UV la spectrophotométrie …… 44
8- Four …… 45
9-Granulométrie …… 47

10-Centrifugeuse …… 48

Chapitre III : Technique expérimental

I -Introduction …… 49

1-La granulométrie …… 49

2 -Taux d'humidité …… 50

3 - Indice de gonflement …… 51

4 - Recuit des échantillons …… 52

5 - Mesure du pH …… 53

a -Expérience 1 …… 53

b -Expérience 2 …… 55

6 -Influence de la variation de la masse des adsorbants (AR et AB) sur l'adsorption du bleu de méthylène …… 58

1 -Préparation de la solution aqueuse mère du bleu de méthylène……... 60

2-Traçage de la courbe d'étalonnage …… 60

Chapitre IV : Résultats et discutions

I - Introduction …… 59

II – Les résultats de l'argile rouge …… 59

1-l'analyse granulométrique …… 60

2-Taux d'humidité …… 60

3-Indice de gonflement …… 61

4-Recuit des échantillons …… 61

5 -l'analyse par microscope optique …… 62

6 -Mesure du pH …… 62

a-Expérience 1 …… 63

b-Expérience 2 …… 64

7-Caractérisation par Infrarouge …… 65

8-Influence de la variation de la masse du l'argile blanche sur l'adsorption de bleu de méthylène …… 67

III – Les résultats de l'argile blanche …… 69

1-l'analyse granulométrique …… 69

2-Taux d'humidité …… 70

3-Indice de gonflement …… 71
4-Recuit des échantillons …… 71
5-l'analyse de microscope optique de l'argile blanche …… 72
6-Mesure du pH …… 73
a-Expérience 1 …… 73
b-Expérience 2 …… 73
7-Caractérisation par Infrarouge …… 74
8-Influence de la variation de la masse du l'argile rouge sur l'adsorption de bleue de méthylène …… 76
IV -La comparaison entre les deux résultats de l'argile rouge et blanche …… 77
Conclusion générale …… 79

Abréviation

Fe	:fer
Mg	: magnésium
Na	: sodium
K	: potassium
SiO_2	: Oxyde de silicone
Al_2O_3	: Oxyde d'aluminium
O^{-2}	: ion d’oxygène
OH^-	: Hydroxydes
Si4+	: ion de silicium
Al^{3+}	: Ion d'aluminium
Fe^{3+}	: ion de fer
Fe^{2+}	: ion de fer
Mg^{2+}	: ion de magnésium
Si^{3+}	: Ion de silicium
Mg^{3+}	: Ion de magnésium
Li+	: Ion de lithium
S^{+4}	: Ion de soufre
T-O	: Tétraédrique- octaédrique
T-O-T	: Tétraédrique- octaédrique- Tétraédrique
T-O-T-O	: Tétraédrique- octaédrique- Tétraédrique-octaédrique
MgO	: oxyde de magnésium
K_2O	: L’oxyde de potassium
MnO	: oxyde de manganèse
Ip	: Indice de plasticité
C_2	: dia carbone
N	: azote

Ca^{2+}	: ion de calcium
M^{4+}	: Élite
X	: rayons
V	: vitesse de chute des particules.
H	: viscosité dynamique de la solution,
ρ	: masse volumique des particules solides,
ρ*	: masse volumique de l'eau
D	: diamètre de la particule en mètres
IR	: infrarouge
KBr	: Brome de potassium
O-H	: fonction hydroxyle
H_2O	: eau
MEB	: Le microscope électronique à balayage
EDX	: d'énergie des rayons X
m_{eau}	: la masse d'eau en (g)
m_s	: la masse de l'échantillon sec (g)
m_t	: la masse de l'échantillon humide (g)
m_1	: La masse de l'argile avec l'eau distillée on (g)
$V_{cube\ 1}$	: Le volume du cube (cm^3)
m_2	: La masse de l'échantillon (cube) sec (g)
$V_{cube\ 2}$	: Le volume du l'échantillon (cube) sec (g)
NaOH	: solution de soude
H_3O	: Hydronium
AR	: argile rouge
AB	: argile blanche
TH	: Taux d'humidité
HCl	: l'acide chlorhydrique
V_{HCl}	: volume de l'acide chlorhydrique
C_1	: la concentration de l'acide chlorhydrique
C_2	: la concentration de solution (l'eau avec l'argile

	rouge)
V_1	: le volume de l'acide chlorhydrique
V_2	: le volume de solution (l'eau avec l'argile rouge)
(A°)	: Type d'argile
$Al_2O_3.2SiO_2.4H_2O$	: Halloysite
10A°	: Halloysite hydrate
7A°	: Méta halloysite
Fe_2Co_3	: l'oxyde de fer
Uv	:uvée visible
λ	: longueur d'onde
I_0	: intensité incidente
I	: intensité transmise
(C.E.C)	: Capacité d'échange de cations
Sst	: surface spécifique totale
D^2	: loi de Stockes
$Al_2(OH)_6$	: L'hydroxyde d'aluminium
$AlO_4(OH)_4$	: Aluminate oxydations

$\delta_{Al\text{-}OH+}$

$\delta_{Si\text{-}O\text{-}M}$

$Si\text{-}2(O_5)^{-2}$,

Mg3(OH)6

Si PAF

$A_2\ O_5Al_2(OH)_4$

$K_{0.5}(A_{10}5Si_35O_{10})(OH)_2$

$(OH_4)Si_8(A_{13}34Mg_{0.66})O_{20}$,

nH_{20}(ou $Na_{0.66}$au lieu de

$Mg_{0.66}$)

V_{OH} élongation (H_2O)

V_{OH} déformation (H_2O)

V_{SiO} élongation dans le plan

Résumé :

L’argile le matériau le plus anciennement utilise par l’homme. Elle est nécessaire pour la fabrication des objets utilises dans la vie quotidienne. Le but de notre travail est de faire une large recherche sur deux différents type d’argile rouge d’origine de Portugal et l’argile blanche d’origine espagnole pour connaître les caractéristiques de chacune d’elles,

Dans la première étape, notre travail a été concentré sur l étude bibliographique.

La seconde étape qui récapitule les techniques et l’appareillage utilisés au cours de notre étude

Un troisième chapitre est dédié aux expériences mises à l’étude des deux argiles, et un dernier chapitre est consacré aux résultats obtenus

L’argile , caractérisation métallographie , titrage , Ph mètre , UV et IR Granulométrique.

الملخص

تعد الرسخ من المواد الأكثر استعمالا من طرف الإنسان منذ القدم .بالإضافة الي انها من اكثر المواد احتياجا فى صناعة مستلزمات الحياة وكان هدفنا من الدراسة الواسعة لنوعين من التربة (التربة الحمراء الموجودة في البرتغال و البيضاء المتواجدة في اسبانيا)هو التعرف خصائص كل نوع منها

في المرحلة الاولى يرتكز عملنا على الدراسة الفهرسية تتضمن معلومات حوله الاتربة بصفة عامة المرحلة الثانية كرست لتعرف على المواد الاولية و الاجهزة المستعملة في هذا البحث.اما في المرحلة الثالثة فتعمدنا شرح التجارب المطبقة على المواد الاولية . لتليها المرحلة الرابعة و التى عرضت فيها النتائج المتحصل عليها من خلال التجارب المرحلة التي سبقتها.

فوق البنفسجي , جهاز دون الاحمر , قياس الحموضة, المعايرة , التربة الخصائص المرفلوجية الغربلة

Abstract

Clay is the oldzst material used by man . she is necessary for the manufacture of objects used in everyday life .The goal of our work is to do a broad research on two different types of clay red origin of Portugal and white clay of Spanich origin for know the characteristics of each of them In the first step our work was focused on the study bibliographic

The second step summarizes the technique and equipement used in during our study

A third chapitre is dedicated to the experiences of the two clays and a final chapter is devoted to the results obtained

Clay , métallographie ,UV and IR , pH-mètre ,caractérisation , granulometry .

Introduction générale :

L'argile est une matière première utilisée depuis la haute antiquité. L'abondance naturelle et la disponibilité immédiate des argiles expliquent leurs grandes utilisations à travers les temps. De nos jours l'utilisation des argiles, notamment celles qui sont riches en SiO_2 et Al_2O_3, connaît un nouvel essor dans la construction, dans la céramique industrielle et artisanale, dans l'industrie pharmaceutique et dans la poterie.

Les matériaux argileux constituent souvent des mélanges naturels complexes de minéraux dont la granulométrie et les propriétés physico-chimiques sont très variables.

Ces matériaux possèdent des propriétés plastiques particulières : facilement modelable, ils peuvent être figés de façon irréversible, ce qui a permis les premières applications domestiques dans la vie traditionnelle (vases, plats, etc.) et culturelles (statuettes, supports d'écriture...). Depuis, les applications industrielles et domestiques n'ont cessé de se développer. Les argiles se trouvent aujourd'hui dans de nombreux produits, qu'elles soient utilisées comme matière première de base avec l'usages spécifiques, souvent anciens, au potier et au briquetier.

En-conséquence, il ne faut pas négliger la phase de préparation si on désire avoir des produits de haute qualité. C'est pour cela, que nous sommes intéressés dans la présente étude à la caractérisation et l'étude physico-chimique de la matière première (argile rouge de l'Espagne et l'argile blanche du Portugal). Ces argiles sont utilisées au niveau de l'unité Maison de l'artisanat, Ain D'heb – Médéa. Celles-ci rentre dans le but d'améliorer la qualité du produit (poterie) et de savoir si on pourra intégrer ces argiles dans le procédé de fabrication des produits artisanaux.

Ce travail est composé de quatre chapitres qui sont décrits comme suit:

Une synthèse bibliographique générale détaillée sur les argiles et leurs applications est donnée dans le premier chapitre, suivi par un deuxième chapitre qui récapitule les techniques et l'appareillage utilisés au cours de notre étude. Un troisième chapitre est dédié aux expériences mises à l'étude des deux argiles. Un dernier chapitre est

consacré aux résultats obtenus au cours de cette étude ainsi que les discussions des valeurs empiriques. Finalement, une conclusion générale sur la présente étude.

I - Chapitre I : Etude bibliographique

1 -Généralité sur l'argile

L'argile est une matière première utilisée depuis longtemps dans les différentes activités de la vie humaine. Le mot argile provient du mot « Argos » ou de latin « argilo » qui veut dire blanc **[1].** Il possède certaines caractéristiques qui les distinguent en tant que groupe. L'analyse chimique montre que l'argile est composée essentiellement de silice, d'alumine, d'eau et souvent de quantités nom négligeables de fer (Fe), magnésium (Mg), et de faibles quantités de sodium (Na), et de potassium (K).

D'autres caractéristiques peuvent être citées comme : La grande superficie et la réactivité chimique à la surface **[2].**

L'argile fut, depuis l'antiquité, le matériau le plus anciennement utilise par l'homme. Elle est nécessaire pour la fabrication des objets utilises dans la vie quotidienne. Du point de vue géologique, l'argile est une roche sédimentaire, composée pour une large part de minéraux spécifiques, aluminosilicates plus ou moins hydrates, eux-mêmes nommes argiles. Les roches argileuses présentent une grande diversité de compositions, de propriétés, de nomenclature et d'applications industrielles. Les argiles, notamment celles qui sont riches en SiO_2 et Al_2O_3, connaissent un nouvel essor dans la construction, la céramique industrielle et artisanale, l'industrie pharmaceutique et la poterie **[3].**

2-Définitions

Les argiles sont des matériaux naturels répandus sur tous les continents. Leurs utilisations à l'état naturel, selon les variétés présentes dans les différentes régions, sont bien en dessous des possibilités offertes par leurs diverses propriétés. Les argiles peuvent acquérir de nouvelles propriétés quand elles sont modifiées par voie chimique, physique et/ou thermique. Ces propriétés nouvelles peuvent leur ouvrir des voies d'applications prodigieuses. L'intérêt grandissant qu'elles suscitent, ces dernières années, auprès des chercheurs est dû à leurs propriétés spécifiques et leurs applications

dans divers domaines. Les argiles présentent, de par leur acidité naturelle de surface **[4,5],** des propriétés catalytiques dans les réactions de polymérisation qui ont fait l'objet de plusieurs études, on peut citer entre autres :

- les travaux de Solomos **[6]** sur la polymérisation du styrène catalysée par l'attapulgite, le kaolin, la montmorillonite et autres…

- en 1987, Norwood et al**. [7]** ont étudié l'action catalytique des argiles camerounaises sur la polymérisation du styrène.

- M.Belbachir et al**. [8]** ont étudié la polymérisation de plusieurs monomères hétérocycliques et vinyliques en utilisant la bentonite de Maghnia (la Maghnite) activée par l'acide sulfurique 0.23M.

Les argiles, ou roches argileuses sont un mélange de minéraux et d'impuretés cristallines. Souvent hydratés, de forme lamellaire ou fibreuse. Telles que les argiles sableuses, les argiles calcaires ou marnes et les argiles bitumeuses **[9]**.

Le terme "ARGILE" désigne non seulement une formation rocheuse, mais définit aussi un domaine granulométrique comprenant des particules minérales dont le diamètre des grains est inférieur à deux micromètres (< 2 μm) **[10] .** Les particules d'argile résultent de la désintégration physique ou mécanique des roches, suivie d'une transformation chimique **[11]**. Tous les minéraux argileux ne sont pas des phyllo silicates (quartz, feldspath), ni même des silicates (oxydes) **[12].**

Les argiles proviennent de l'altération et de la dégradation des roches : altération physique sous l'effet des variations de température, et surtout altération chimique au contact de l'eau qui permet la dégradation en particules très fine. Les conditions dans lesquelles cette dégradation a eu lieu, ainsi que l état d'avancement de cette dégradation peuvent expliquer la grande diversité des argiles **[13] .**

3-Origines géologiques

a- L'héritage :

Le minéral argileux est directement issu de la roche mère sans modification de ses Caractéristiques cristallochimiques. C'est un minéral argileux primaire (micas et illite de plusieurs dizaines de microns ; chlorite tri octaédrique…).

b-La transformation

Les conditions de surface entrainent une modification des caractéristiques cristallochimiques du minéral argileux, néanmoins sa structure de base originelle reste Conservée.

c- La néoformation

Les conditions de surface entraînent la dissolution des minéraux primaires contenus dans la roche mère (argileux et/ou non argileux). Les cations et anions issus de cette dissolution passent dans la solution du sol. Si les conditions de nucléation et de croissance d'un minéral argileux sont réunies, un nouveau minéral argileux est formé dans le sol. Le minéral argileux est dans ce cas un minéral argileux secondaire néoformé (kaolinite des sols latéritiques, smectite des verts sols en bas de topo séquence) **[14]**

4- Structure minéralogique des agriles

Les différents groupes de minéraux argileux se différencient par l'arrangement de leurs couches tétraédriques et octaédriques représentées dans la figure 1.

L'organisation structurale des phyllo silicates est basée sur une charpente d'ions O^{-2}et OH^{-}. Ces anions occupent les sommets d'assemblages octaédriques (O^{-2} et OH^{-}) et tétraédriques O^{-2}. Dans les cavités de ces unités structurales élémentaires viennent se loger des cations de tailles variables (Si^{4+}, Al^{3+}, Fe^{3+}, Fe^{2+}, Mg^{2+}) en position tétraédrique ou octaédrique. Ces éléments s'organisent suivant un plan pour constituer des couches octaédriques et tétraédriques dont le nombre détermine l'épaisseur du feuillet. L'espace entre deux feuillets parallèles s'appelle espace inter foliaire. Lorsque deux cavités sur trois de la couche octaédrique sont occupées par Al^{3+} (ou un autre ion métallique trivalent), la structure est dénommée di octaédrique. Quand la totalité des cavités octaédriques est occupée par des ions métalliques bivalents, la structure s'appelle tri octaédrique. Par ailleurs, il peut exister des substitutions iso morphiques

dans les couches tétraédriques (Si^{3+} Al^{3+}, Fe^{3+}) et /ou octaédrique (Al^{3+} Mg^{3+}, Fe^{2+}, ou Mg^{2+} Li^{+}). Ces substitutions entraînent un déficit de charge qui est compensé, à l'extérieur du feuillet, par des cations compensateurs **[15].**

a-Minéraux argileux

Les minéraux argileux sont des silicates hydratés (il s'agit généralement de silicates d'aluminium mais parfois de silicates de magnésium) dont la structure feuilletée permet de les ranger dans la famille de phyllo silicate **[16].**

Les phyllo silicates sont pour les plupart des aluminosilicates (oxydes de silicium et d'aluminium).Comme le sont également les zéolites et sont classés en fonction de leur structure microscopique obtenue par diffraction de rayon X **[17].**

La figure 1, explicite la terminologie utilisée pour définir la structure des argiles. On distingue quatre niveaux d'organisation :

- Les plans : sont constitués par les atomes.
- Les couches : association de deux plans d'atomes d'oxygène et/ou d'hydroxyle formant des couches de tétraèdre ou des couches d'octaèdre.
- Les feuillets correspondent à des combinaisons de couches.
- L'espace inter foliaire : c'est le vide séparant deux feuillets de même structure, il peut être occupé par des cations (éventuellement hydratés).
- Le cristal : résulte de l'empilement de plusieurs couches **[18]**:

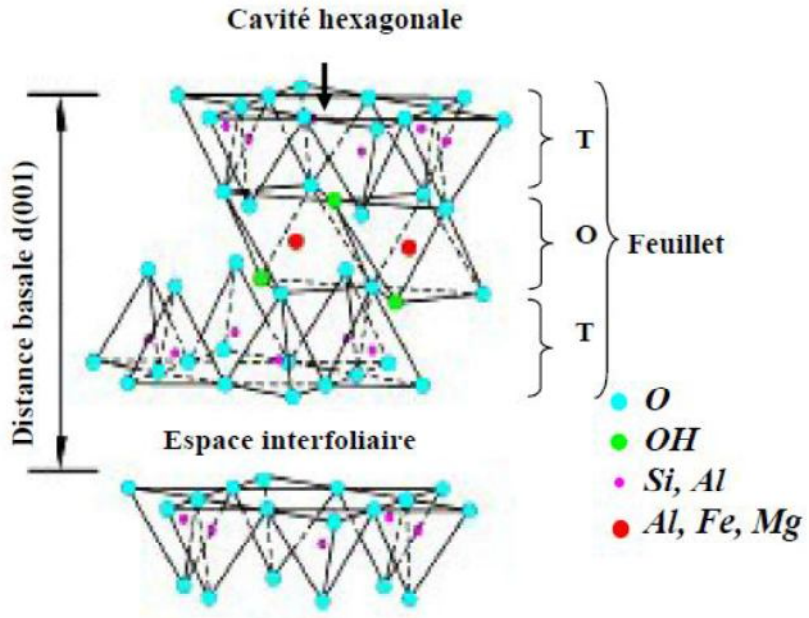


Figure 1 : Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaire dans une argile (cas d'une smectite) **[18].**

1-La couche du tétraèdre de silice

Dans l'élément tétraédrique, l'ion central est la silice (S^{+4}) qui est entouré par 4 ions d'oxygène (O^{-2}) (figure 2) . Les tétraèdres sont liés ensemble par leurs bases en partageant un ion d'oxygène entre deux tétraèdres pour former une couche tétraédrique. La formule générale de cet ensemble est n $[(Si_{-2}\ O_5)_{-2}]$ **[19]**.

2-La couche d'octaèdre d'aluminium ou éventuellement de magnésium

Dans l'élément octaédrique, l'ion central est soit un ion d'aluminium (Al^{3+}), soit un ion de magnésium (Mg^{3+}). Ces derniers sont entourés par six ions d'hydroxyde (OH-) **(**figure 2) . Les unités octaédriques sont liées ensemble de telle sorte que chaque groupement fonctionnel (OH^-) est partagé entre 3 unités octaédriques. La formule générale de ce groupement est n$[Al_2(OH)_6]$ ou n$[Mg_3(OH)_6]$ **[19].**

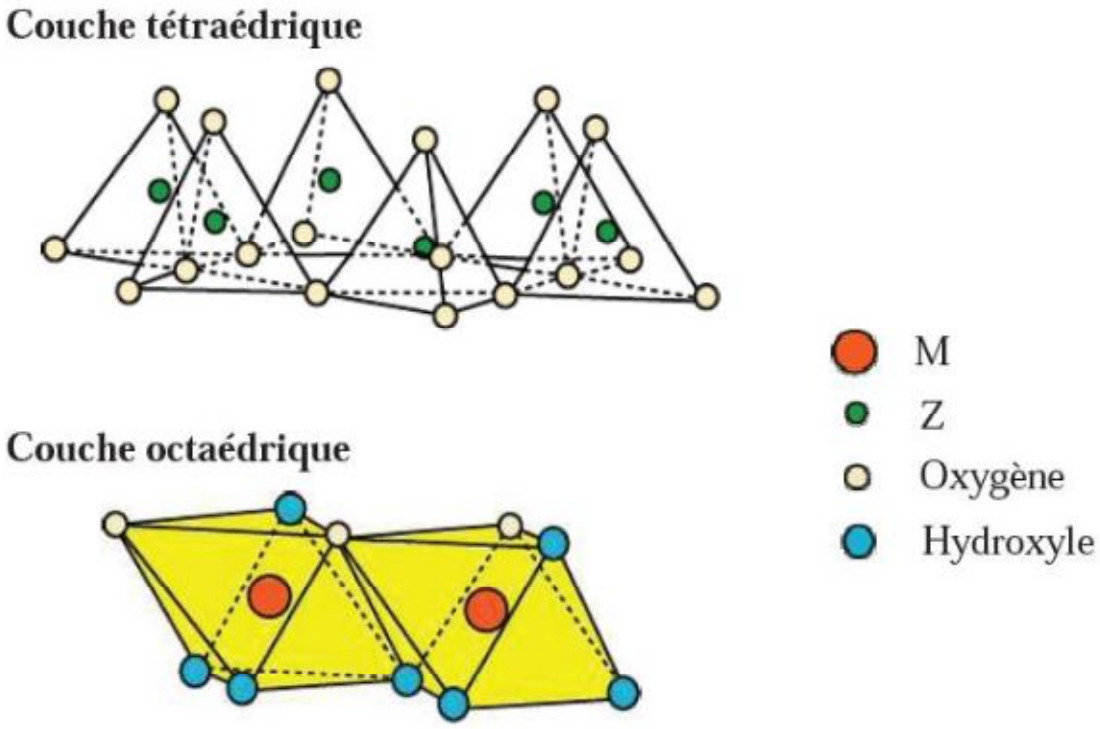


Figure 2 : Représentation des tétraèdres et des octaèdres **[20].**

Les vides octaédriques peuvent eux aussi recevoir des ions tel que Al^{3+},Fe^{3+},Mg^{2+} et Fe^{2+}.Quant tous ces derniers sites sont occupés par des ion divalent (Mg^{2+} , Fe^{2+}) on dit que le minéral est dioctaédrique. Par contre si 2/3 de ces sites sont occupés par des ions trivalents on dit du minéral qu'il est trioctaédrique figure 3 **[18].**

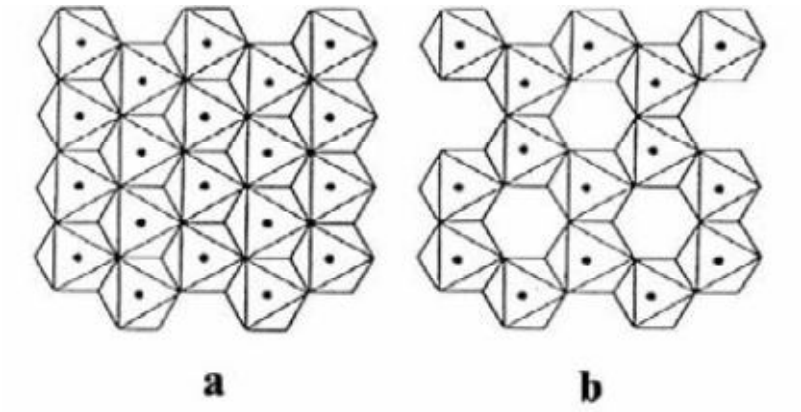


Figure 3 : Représentation polyhédrale d'un feuillet trioctaédrique(a)et dioctaédrique (b) **[21]** .

5 - les familles de l'argile

Parmi la fraction argileuse du sol, on distingue deux familles qui présentent des propriétés d'échange d'ions, propriétés déterminantes dans la rétention des composés polluants qui portent une charge électrique. Les argiles cationiques et les argiles anioniques **[22].**

a- Les argiles « cationiques »

Ce sont des minéraux très abondants dans l'environnement. Ils sont constitués de combinaison de feuillets octaédriques $AlO(OH)_4$ ou $AlO_4(OH)_4$ et tétraédriques $Si_2O_3(OH)_2$. La charge de ces feuillets peut être modulée par le taux de substitution des cations dans les feuillets (octaédriques ou tétraédriques). L'électro neutralité du matériau est assurée par la présence de cations dans l'espace interfoliaire **[23].**

b- Les argiles « anioniques »

Ce sont des minéraux peu abondants dans la nature, mais ils sont néanmoins facilement synthétisables en laboratoire. Qui ont fait l'objet d'un vif intérêt depuis quelques années en raison de leurs propriétés électrochimiques ou d'échange anionique. La plupart des applications de ces matériaux sont dans le domaine de la catalyse hétérogène dû à la production Ils sont constitués de feuillets octaédriques, dont la charge peut être modulée par la substitution de cations divalents par des cations trivalents. Ces hydroxydes doubles sont appelés « hydroxydes doubles lamellaires ». Le domaine interfoliaire comprend des espèces anioniques accompagnées par des molécules d'eau **[23].**

6-Groupes des argiles

a-Kaolinite

La kaolinite est un phyllosilicate de type TO figure 4**,** On la trouve soit sous forme hydraté ou non. La kaolinite dioctaédrique non hydraté a une distance basale qui varie de 7,1 à 7,4 A et sa formule structurale est $2[Si_2\ O_5Al_2(OH)_4]$. Chaque tétraèdre SiO_4 de la couche tétraédrique est relié aux tétraèdres voisins par trois de ses sommets, le quatrième sommet étant lié à la couche octaédrique sous-jacente. Cette dernière est

formée par la superposition de deux plans anioniques qui délimitent trois types de sites octaédriques non équivalents, désignés A, B et C, qui sont disposés suivant une géométrie hexagonale. L'un de ces sites reste vacant afin d'assurer la neutralité électrique du feuillet. La position des sites vacants permet de différencier la kaolinite des autres minéraux appartenant à cette même famille. Ainsi, une kaolinite idéale est caractérisée par un empilement de feuillets où tous les sites B sont libres alors que, par exemple, la dickite est constituée par une alternance de feuillets inoccupés de type B et de type C. En tous les kaolins comprennent quatre variétés cristallographiques : la kaolinite idéal, la nacrite, la dickite et le métahalloysite ; Le minérale de forme hydratée type est l'halloysite (ou endellite) et il n'existe pas de variétés cristallographiques pour cette dernière **[18].**

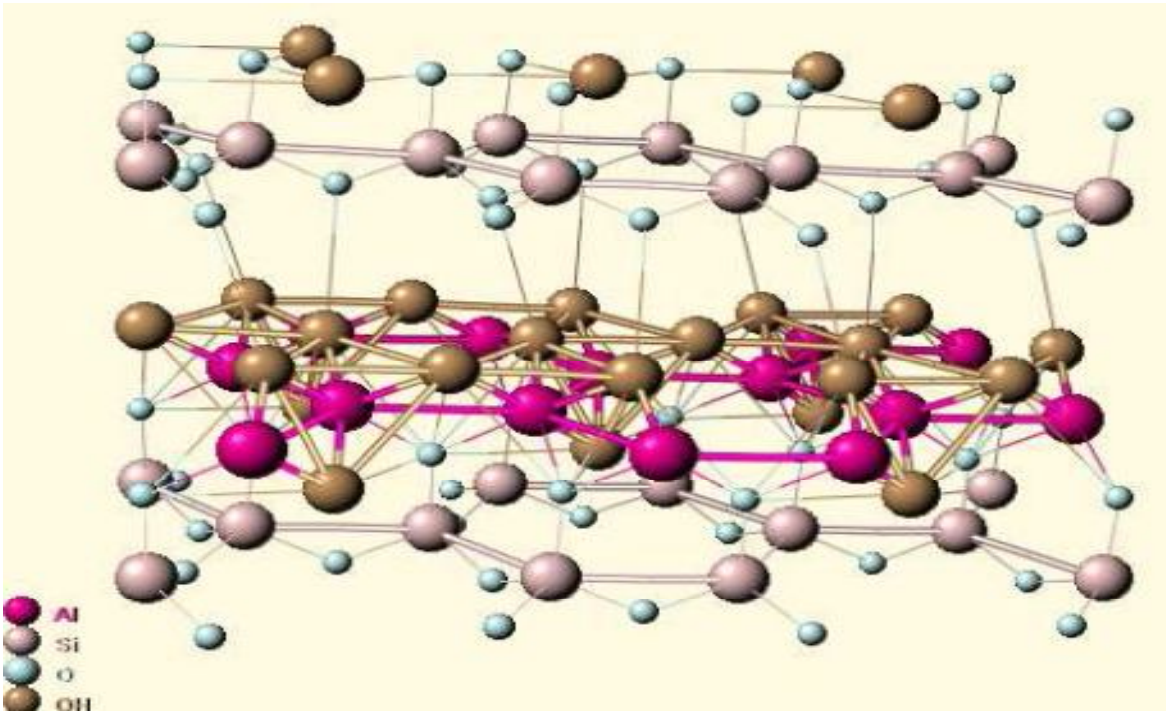


Figure 4: Structure cristalline de la kaolinite d'apres Bish and Von Dreele (1989) **[18]**

1-Propriétés cristallines de kaolinite

Le tableau1, rassemble les propriétés cristallines et les variétés cristallographiques de la famille de kaolins :

Tableau 1: Propriétés cristallines et variétés cristallographiques des kaolins **[18].**

Variété cristallographiques des kaolinites	a(A^0)	b (A)	c (A)	α (°)	β(°)	γ(°)
Kaolinite triclinique	5.16	8.94	7.38	91°8	104°5	90°
Dickite moniclinique	5.15	8.96	14.45	96°	-	-
Nacrite moniclinique	5.15	8.96	43	90°20	-	-

2-Propriétés physico-chimiques

La kaolinite se caractérise par plusieurs propriétés physico-chimiques que sont-la différenciés des autres groupes des kaolins. Le tableau 2, représente quelques propriétés physico-chimiques de kaolinite **[24] .**

Tableau 2 : Propriétés physico-chimiques de kaolinite.

Densité	**dureté**	**Masse molaire (g/mol)**	**Surface spécifique (m^2/g)**
2.4 – 2.65	2 – 2.5	258	10 – 22

Tableau 3: Composition chimique de kaolinite.

Groupe	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MgO	K_2O	MnO	PAF
Kaolinite	45.48-46.8	37.3-40.46	0.06-0.77	Trace 0.17	Trace 0.42	Trace 0.05	13–14.16

3-Halloysite ($Al_2O_3.2SiO_2.4H_2O$)

L'halloysite étant une argile minérale dioctahedral de type TO de la famille des kaolinites. La structure et la composition chimique de l'halloysite est similaire à celle de la kaolinite, dickite ou nacrite cependant les feuillets les constituant sont séparées par une couche de molécule d'eau si bien que l'équidistance 001 est 10.1A°. La présence de molécules d'eau entre feuillets entraîne une certaine indépendance des feuillets qui permet leur enroulement en tubes. On explique cet enroulement par le fait que les feuillets seraient soumis à des tensions, la couche octaédrique ayant un réseau légèrement inférieur à celui de la couche tétraédrique **[18]**. Par déshydratation vers 75° C ou 80° C, parfois, même à la longue à l'air libre, le minéral perd une partie de son eau et l'on obtient le méta halloysite [**25].**

Tableau 4 : Propriétés cristallines d'halloysite hydraté et méta halloysite **[25].**

Type d'argile	**Halloysite hydrate (10A°)**	**Méta halloysite (7A°)**
a (A°)	5.14± 0.04	5.14 ± 0.04
b (A°)	8.90 ± 0.04	5.90 ± 0.04
c (A°)	20.7 ± 0.1	14.9 ± 0.1
γ (°)	99.7	101.9

b-Montmorillonite

La montmorillonite , appelée aussi smectite, est un minéral argileux de type TOT dont le feuillet élémentaire est composé d'une couche d'alumine comprise entre deux couches de silice. Une substitution partielle de l'aluminium Al par le magnésium Mg est fréquente figure 5.les forces de Van der Waals sont faibles par rapport aux autres forces de liaison. Cela se traduit par une déficience en charge négative nette dans les feuillets en octaèdre .Pour cette raison les ions échangeables peuvent pénétrer dans la structure et séparer les couches. La montmorillonite est donc caractérisée par

une structure instable qui est affectée par la présence d'eau. Les plaquettes de montmorillonite ont une forme quelconque est de taille très petite **[19].**

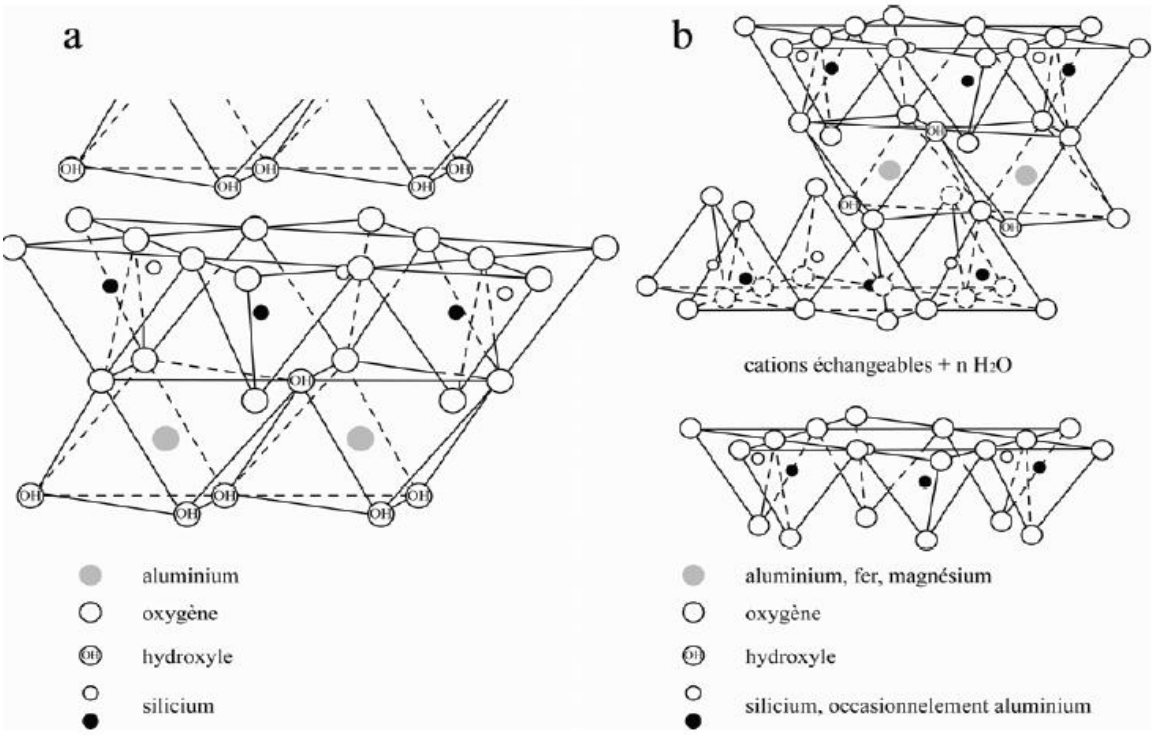


Figure 5 : Représentation schématique de la structure (a) d'une argile TO de type kaolinite et (b) d'une argile T-O-T de type montmorillonite **[26].**

1-Propriétés physico-chimiques [13] :

Le tableau 5, représente les propriétés physico-chimiques de la montmorillonite **:**

Tableau 5 : Propriétés physico-chimiques de la montmorillonite

Epaisseur des plaquettes moyenné (μm)	**Masse Volumique**	**duret**	**Masse molaire g/mol**	**Surface spécifique m^2/g**	**Formule générale**

0.001-0.01	2.12-3.00 d'après Goodman 1980	Minéral trés tendre se laisse couper comme le savon	814	800	$(OH_4)Si_8(A_{13}34Mg_{0.66})O_{20}$, nH_{20}(ou $Na_{0.66}$au lieu de $Mg_{0.66}$)

c- Illite :

Le feuillet élémentaire est composé d'une couche d'alumine entre deux couches de silice .Dans les couches de silice, un ion Si^{4+} sur quatre est remplacé par un ion Al^{3+}.Le déficit de charge qui en résulte est compensé par les ions K+ qui assurent des liaisons assez fortes entre les feuillets. On peut aussi rencontrer dans le feuillet de silice certain substitutions isomorphes partielles de Al^{3+} par Mg^{2+} et Fe^{2+} ainsi que de silicium par l'aluminium. Les particules des illites sont plates de forme moins régulière que celle des particules de kaolinite **[8]**

1-Propriétés physico-chimiques [15]:

Les propriétés physico-chimiques de l'illite sont rassemblées dans le tableau 6.

Tableau 6 : Propriétés physico-chimiques de l'illite

Epaisseur des plaquettes (μm)	**Masse volumique**	**Dureté**	**Masse molaire g /mol**	**Surface spécifique m^2/g**	**Formule générale**
-	2.12-3.00 D'après Goodman 1980	2	814	100	$K_{0.5}(A_{10}5Si_35O_{10})(OH)_2$

7 - Propriétés et rôle des minéraux argileux

Les propriétés bien particulières des minéraux argileux sont dues à la petite taille, la structure en feuillets et la charge négative des particules. Elles forment avec l'eau des solutions colloïdales qui floculent lorsque les charges de surfaces des particules sont neutralisées par des ions. Ce phénomène est réversible : les particules retrouvent à l'état dispersé lorsque les ions sont éliminés par rinçage. Les argiles fixent l'eau par adsorption à leur surface et augmentent de volume par gonflement. Elles constituent ainsi une réserve d'eau. L'argile sèche développe une tension de succion importante pour l'eau qui peut s'opposer à celle des racines des plantes. Avec adjonction croissante d'eau, la tension de succion diminue, l'ensemble eau- argile devient plastique, puis visqueux et finalement les particules d'argiles se dispersent dans l'eau en formant une solution colloïdale. L'argile imprégnée d'eau qui se dessèche se rétracte et se casse par des fentes de retrait. Les minéraux argileux sont donc susceptibles de capter d'importantes quantités de cations présents dans une phase aqueuse mise en leur contact. Ce phénomène de rétention est appelé phénomène d'échange cationique **[1]**.

8 - Propriétés des argiles

Les minéraux argileux se caractérisent par quatre propriétés principales :

1. formes et surfaces spécifiques.
2. capacités d'adsorption d'eau et de gonflement.
3. multiples possibilités d'échanges cationiques.
4. activité des argiles

1-Forme et surface spécifique

Les argiles se présentent sous trois formes :

- en flocons, caractérisés par une même dimension dans les deux directions et une épaisseur équivalente à 1/20ième de la longueur.
- en latte, avec une dimension plus longue, épaisseur toujours équivalente à 1/20ième de la longueur.

- en aiguilles, deux dimensions identiques et la 3ième beaucoup plus grande (assez rare).

La fine taille des argiles leur confère une surface spécifique importante par rapport au volume des particules. La surface relative augmente avec la diminution du diamètre. La surface des argiles est supérieure à celle des minéraux de même taille mais de formes différentes. Le rapport épaisseur/largeur est de l'ordre de 20 pour les argiles. Les propriétés des argiles sont principalement contrôlées par leurs surfaces. Les particules d'argiles présentent des surfaces spécifiques très importantes et peuvent de ce fait attirer un grand nombre de molécules d'eau et d'ions, et exercer entre elles d'importantes forces d'interactions. Ces forces influent amplement sur le comportement mécanique des argiles.

L'intensité de la charge électrique est liée à la surface spécifique de la particule. Dans le cas des argiles, cette surface varie entre 10 à 20 m2/g et peut atteindre 800 m2/g dans le cas de la montmorillonite sodique. Warkentin et Bozozuk (1961), ont noté que le gonflement est d'autant plus fort que la surface spécifique de l'argile est grande**.[28]** Le tableau 7 , indique les valeurs caractéristiques des surfaces des grandes familles argileuses. La surface totale comprend la surface externe, comprise entre les particules argileuses, et la surface interne, correspondant à l'espace inter foliaire. Les smectites Ont les surfaces totales maximales: surface Smectites > Vermiculites >>> Illites > Kaolinites = Chlorites.

Tableau 7 : Surface spécifique des particules argileuses **[28]**

Surface spécifique (m^2 /g)		
Argile	Externe	Totale
Smectite	50	800
Vermiculite	<1	750
Illite	25	30
Kaolinite	15	15
Chlorite	15	15

2 -Degré d'hydratation

Le degré d'hydratation varie d'une famille argileuse à une autre. Certains minéraux Argileux ont la capacité d'incorporer dans leur structure des molécules d'eau. Cette eau modifie la dimension de la couche en provoquant son gonflement. Ces argiles sont appelées argiles gonflantes Tableau 8, Les smectites, vermiculites et minéraux inter stratifiés offrent des capacités d'expansion beaucoup plus importantes que celles des autres espèces argileuses. L'incorporation d'eau est réversible à la pression atmosphérique et dépend de la température et de la pression de vapeur. Plus l'air est humide, plus l'argile pourra incorporer de l'eau Figure 6 [**28].**

Les minéraux gonflants ont une structure de base à 10Å. Selon l'hydratation, une couche d'eau de 2.5 ou 5.2Å d'épaisseur se développe. Cette hydratation conduit à une augmentation de volume pouvant atteindre 95%. Notons qu'il existe des minéraux comprenant de l'eau adsorbée mais qui n'ont pas pour autant de propriétés de gonflement. Dans un climat à saisons contrastées la présence de smectites conduit à la déstructuration du sol: en hiver les smectites gonflent; en été les smectites se déshydratent et entraînent la formation de larges fissures.

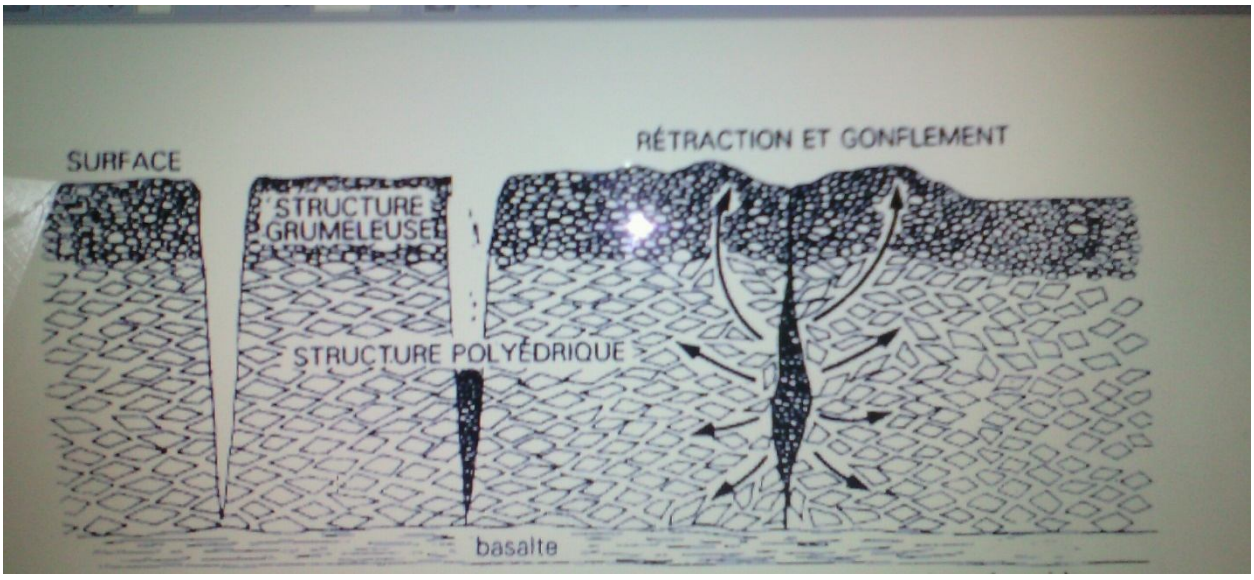


Figure 6 : Photographie de Conséquence du gonflement des argiles dans la déstructuration d'un sol **[28]**

Tableau 8: classification des argiles selon leurs propriétés de gonflement [**28]**

TYPES CROISSANTS			
Smectites	Al		
Beidellite	Al (Mg, Fe2+ minor)	7	10
Montmorillonite	Fe3+	17	10
Nontronite	Mg, Al	17	10
Saponite	Mg, Fe2+, Al (Fe3+	17	10
Vermiculite	minor)	15,5	10-
Couche minérale composée		12	
		10-17	< 1
TYPES NON CROISSANTS			
Illite	K, Al (Fe, Mg secondaire)	10	
Glauconite	K, Fe2+, Fe3+	10	
Celadonite	K, Fe2+, Mg, Fe3+, Al3+	10	
Chlorite	Mg, Fe, Al	14	
Berthiérine	Fe2+, Al3+ (secondaire	7	
Kaolinite	Mg)	7	
Halloysite	Al	10,2	
Sepiolite	Al	12,4	
Palygorskite	Mg, Al	10.5	
Talc	Mg, Al	9,6	
	Mg, Fe2		

3-Capacité d'échange cationique

Les liaisons entre les particules des sols formant les minéraux argileux sont influencés par la magnitude de la charge négative résiduelle des minéraux (dues aux substitutions iso morphiques) dans le réseau cristallin, de la concentration et de la distribution des cations disponibles pour équilibrer cette charge.

La capacité d'échange représente donc, la charge (sous forme de cations attirés à la surface de la particule) nécessaire pour l'électro-neutralité. La capacité d'échange cationique est exprimée en milliéquivalents par 100g d'argile. Les mesures

expérimentales de cette capacité d'échange effectuées pour la montmorillonite (Olphen, 1971) et pour la Kaolinite par (Samson, 1954) ont mis en évidence l'influence du pH de l'eau du sol sur cette propriété **[29].**

Le tableau 9, regroupe, les valeurs de surface spécifique et de la capacité d'échange des différentes familles d'argile pour une solution neutre (pH=7).

Tableau 9: Capacité d'échange de cations (C.E.C) et surface spécifique totale

Argiles	C.E.C (meq/100gr)	Sst (m^2/g)
Montmorillonite Na+	150	800
Montmorillonite Ca	80	300
Illite	10-40	40-60
Kaolinite	3-15	5-20
Elément non argileux	2 -10	1-3

4 - Activité des argiles

Skempton (1953), a considéré que les valeurs des limites d'Atterberg sont liées à la quantité d'eau retenue à la surface des particules et donc à la quantité d'argile présente dans le sol .Cet auteur a défini l'activité d'une argile par le rapport de l'indice de plasticité (Ip) et du pourcentage des éléments inférieurs à deux microns (C2<2 μm).

$$A_1 = Ip/C_2 \qquad \text{……01}$$

Skempton a proposé la nomenclature suivante [**30**] :

- Argile inactives **:** les argiles qui ont une activité inférieur à 0,75. Ces argiles

Sont à base de Kaolinite, ou des argiles contenant peu de minéraux argileux.

- Argile normale **:** qui ont une activité comprise entre 0,75 et 1,25.
- Argile active **:** qui ont une activité comprise entre 1,25 et 2.
- Argile très actives **:** qui ont une activité supérieure à 2.

En ce qui concerne les argiles compactées [**31**], a introduit une modification à la définition de Skempton sous la forme suivante :

$$A_2 = Ip / (C_2 - n) \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots 02$$

n = 5 cas des sols naturels ; n =10 cas des sols reconstitués Le tableau I .10**,** présente le minéral prédominant dans la matrice argileuse basant sur l'activité, proposé par Skempton et al (1953).

L'activité d'un sol dépend essentiellement de sa composition minéralogique : le type et la quantité du minéral argileux, de la teneur d'argile et des ions échangeables [**32].** Les deux définitions citées ci dessus indiquent que l'activité est proportionnelle à l'indice de plasticité et inversement proportionnelle à la teneur en éléments inférieurs à deux microns tableau 10.

Tableau 10 : Activité de différents minéraux (Skempton, (1953) et Mitchell, (1976)**)[32]**

Minéral	**Activité**
Montmorillonite Na+	4 – 7
Montmorillonite Ca+	1,5
Illite	0,5 - 1,3
Kaolinite	0,3 - 0,5
Calcite	0,2
Quartz	0

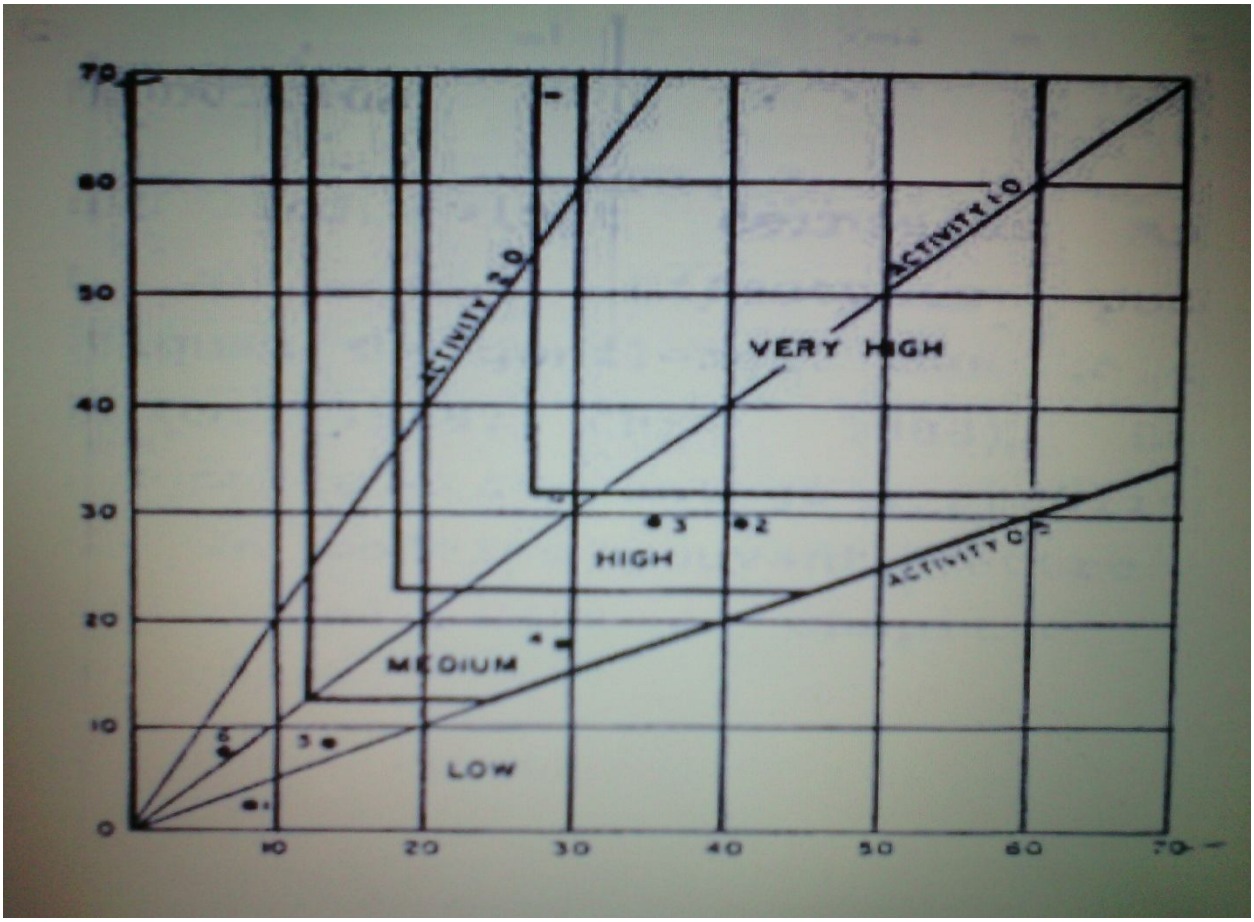


Figure 7 : Photographie d'Abaque pour identification des sols gonflants **[33]**

5-Acidité des argiles

Plusieurs mesures de l'acidité des couches d'argile ont été menées en utilisant des mesures de conductivité de surface **[34],** la RMN et les indicateurs de Hammett **[35, 36].** L'argile possède des propriétés acides à la fois de Bronsted et Lewis.

La source la plus importante de l'acidité de type Bronsted résulte de la dissociation des molécules d'eau dans la sphère d'hydratation des cations échangeables à l'interface **[37, 38]** comme le montre la réaction suivante :

$$[M(OH_2)_n]^{m+} \longrightarrow [M(OH)_{n-1}OH]^{(m-1)} + H^+ \quad \text{.....03}$$

L'acidité dépend de la quantité d'eau présente dans l'argile, elle est due à une substitution dans le réseau octaédrique ou tétraédrique **[35, 37, 39].**

L'acidité est au maximum quand le contenu de l'argile en eau est faible (la charge des ions M^{4+} est peu dissipée par l'excès d'eau) et quand des espèces

hautement polarisantes telles que M^{3+} sont remplacées par les cations naturels Na^{+} et Ca^{2+} **[40].**

9- Domaines d'études

Selon sa variété, l'argile se révèle être un minéral très utile. On peut ainsi faire des tuiles et briques, des poteries en jouant sur sa capacité de modelage une fois mélange à l'eau. L'argile sert aussi à la fabrication du ciment. Les argiles apportent aux géologues des informations sur les conditions environnementales (source, condition de formation, diagenèse...). Les ingénieurs pétroliers déduisent les conditions thermiques des gisements (degré de maturation). Les ingénieurs en génie civile s'intéressent aux propriétés des argiles en tant que matériel industriel (réfractaires, matériaux de construction). Les agronomes analysent les propriétés d'hydratation et d'adsorption des argiles pour concevoir les fertilisants Figure 7, **[41].**

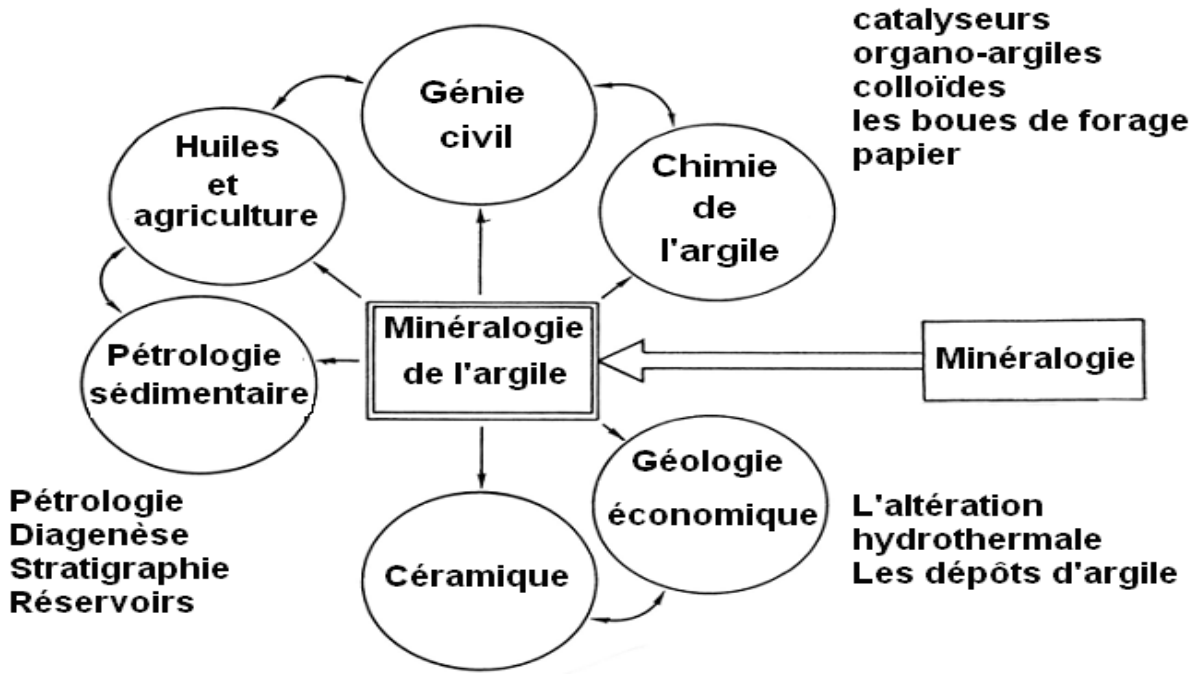


Figure 8: Domaines d'études des argiles.

10 -Les méthodes d'analyse

Pour cela, les argiles naturelles ont été caractérisées par différentes méthodes d'analyses physico-chimiques à savoir la composition chimique, la granulométrie, la diffraction des rayons X, l'infrarouge, la mesure des surfaces spécifiques, la thermogravimétrie et la mesure de la capacité d'échange cationique **[42].**

a-Analyse de la composition chimique par spectrométrie de fluorescence X

L'analyse de la composition chimique par fluorescence X nous a permis de déterminer les constituants des argiles en oxydes dont les teneurs sont évaluées en pourcentages massiques. Le tableau 1 montre les résultats de l'analyse de la composition chimique des argiles utilisées (l'argile de étude concerne deux argiles naturelles : l'argile marneuse et l'argile de Djabel Debbagh utilisées pour l'adsorption des métaux lourds).

- ✓ **Principe**

Cette technique permet de connaître la composition chimique d'échantillons très variés : minéraux argileux, métaux, céramiques, ciments, polymères, verres...

L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces derniers, l'échantillon entre en résonance et réémet lui-même des rayons X qui lui sont propres : c'est la fluorescence. Le spectre en énergie des rayons X fluorescents est composé de pics caractéristiques des éléments présents; la hauteur des pics permet de déterminer la quantité **[43].**

Cette opération consiste à prélever une quantité d'un gramme d'argile qu'il faut sécher à 110°C pendant 24 heures, pour éliminer l'eau contenue dans notre échantillon, puis elle est calcinée à 1000°C afin de transformer ses constituants en oxydes, dont les teneurs seront évaluées en pourcentage massique. L'analyse de la composition chimique est réalisée sur l'appareil Philips (Magi XPRO) au Centre de Recherche sur les Matériaux (CRD) de Boumèrdes pour l'argile Djabel Debbagh, pour l'argile marneuse l'analyse est réalisée au laboratoire de la cimenterie de Béni-Saf.

Tableau 11 : composition chimique des argiles études

Massique	Argile marneuse	Argile djabel Debbagh
Sio2	44 ,13	45,23
Al2o3	13,33	38,31
Na2o	1,14	0,66
Cao	10,88	0,21
K2o	2,13	0,08
Mgo	2,10	0,06
Fe2o3	5,26	-
Sio2/Al2o3	3,31	1,18

Il ressort de l'examen des résultats de la composition chimique que ces deux argiles présentent une teneur élevée en SiO_2 à tendance aluminique.

Le rapport SiO_2/Al_2O_3 pour l'argile Marneuse est en accord avec celui des montmorillonites compris entre 2 et 5.5 **[44-45]**.

b-Analyse Granulométrique

L'analyse granulométrique par sédimentation s'adresse à des échantillons des sols ne contenant que des éléments de diamètre inférieur à 100µm, c'est-à-dire ce qui est désigné sous l'appellation de sols fins. Elle complète l'analyse granulométrique par tamisage qui est limitée aux grains de diamètre supérieur à 63 µm.

L'analyse granulométrique a pour but de déterminer le pourcentage des différentes fractions de particules minérales, constituant ce matériau, là détermination du diamètre des grains repose sur la dispersion, puis la précipitation des grains argileux au sein du liquide, la vitesse de précipitation dépend de la grosseur des particules **[46].**

Cette analyse a été effectuée au Laboratoire de Géotechnique et Traitement de Eaux de l'Université de Tlemcen. Elle permet de tracer la courbe granulométrique des éléments fins jusqu'à un diamètre d'environ 2 µm **[47].**

La méthode se résume dans le suivi de la variation de la densité de la suspension au cours du temps. Ce calcul s'effectue en utilisant la loi de Stockes qui donne la vitesse de chute des particules sphériques dans un liquide. Celles ci sont soumises à la force de pesanteur. La chute de ces particules se fait à vitesse constante et s'exprime par la relation suivante :

$$D^2 = \frac{18\,\eta\,v}{\rho - \rho^*} \qquad \text{..... 04}$$

Avec :

V : vitesse de chute des particules. Celle-ci s'exprime par le rapport de la hauteur de chute, exprimée en mètre, par le temps de chute t, exprimé en secondes,

η : viscosité dynamique de la solution,

ρ : masse volumique des particules solides,

ρ* : masse volumique de l'eau

D : diamètre de la particule en mètres

Les résultats des analyses granulométriques par sédimentation indiqués sur tableau 12 montre que l'argile marneuse possède une granulométrie très fine; environ 54% des grains ont un diamètre inférieur à 2μm et l'argile de Djabel Debbagh environ 32 %.

Tableau 12 : Analyse granulométrique des argiles étudiées

Argile Marneuse		**Argile Djabel Debbagh**	
D (µm)	**% du Tamisât**	**D (µm)**	**% du Tamisât**
61,959	83,842	62,604	75,142
42,707	79,887	43,147	71,187
30,312	76,724	30,594	68,814
19,278	71,978	19,526	60,904
13,694	68,023	13,856	57,740
9,692	67,232	9,859	52,203
6,872	64,859	7,002	48,249
4,877	61,695	4,973	44,294
2 ;831	56,949	2,893	37,175
1,981	54,865	2,006	32,429
1,161	52,203	1,187	30,608

c-Analyse par Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infra rouge est considérée comme un autre moyen d'étude des argiles et par conséquent comme un moyen d'identification des minéraux argileux **[48 ,49]**.

Le principe de l'analyse consiste en la connaissance de la position des bandes de certains groupements caractéristiques des minéraux argileux.

Les spectres IR ont été enregistré entre 4000-400 cm^{-1} à l'aide d'un spectrophotomètre modèle Mattson Genesis II à transformée de Fourier au Laboratoire de Composé Organique et Substance Naturelle de l'Université de Tlemcen.

Les spectres IR enregistrés dans le KBr de l'argile marneuse et l'argile Djabel Debbagh Figure 2 , montrent les différentes bandes d'absorption caractéristiques des argiles étudies **[50]**.

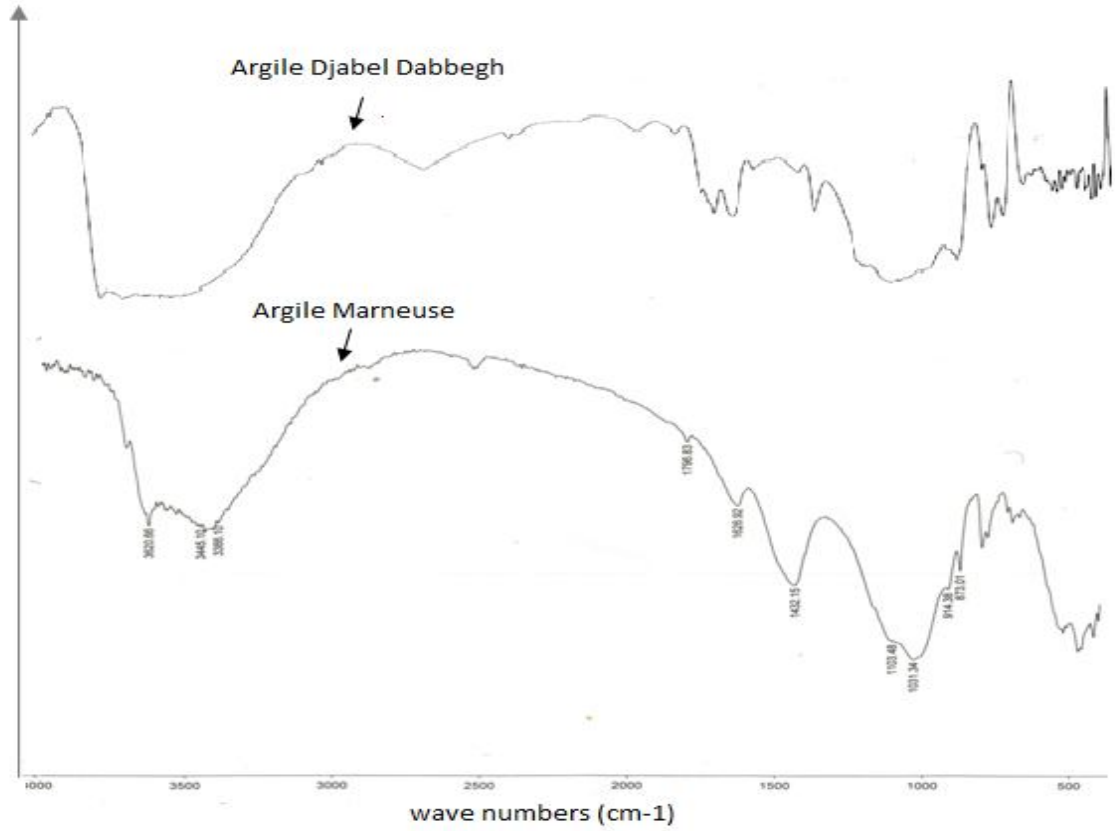


Figure 9 : Spectres infrarouge des argiles utilisées **[50].**

Les spectres obtenu Les spectres obtenu ont été enregistrés entre 4000 et 400 cm^{-1}, présentent les caractéristiques suivantes :

1 - Argile marneuse

- Une bande large située à 3620 cm^{-1} caractérise les vibrations de valence des groupements O-H (fonction hydroxyle) de l'eau de constitution.

-Un épaulement situé à 3454 cm^{-1} caractérisant la montmorillonite,

-Une ban de située à 3622 cm^{-1} caractérise les molécules d'eau absorbées entre les feuillets (déformation angulaire des molécules d'eau inter foliaires) .

-La présence de la dolomite se traduit par un pic très faible à 1460 cm^{-1}

- Une bande d'adsorption située au dessous de 1100 cm^{-1}, environ 1028 cm caractéristique des silicates.

- A 900 cm^{-1}, on observe une bande de déformation angulaire des liaisons Si-O-Al. Cette vibration se manifeste aussi dans le cas de substitution de Si-O-Al, on observe une bande à 848 cm^{-1}, attribuée à la présence d'aluminium en position tétraédrique.

2 - Argile Djabel Dabbegh

-Deux bandes d'absorption caractérisant les liaisons O-H situées respectivement entre 3200-3800 cm^{-1}.

-Une autre bande moyenne s'étale entre 1600-1700 cm^{-1} est attribuée aux vibrations de déformation de la liaison O-H de l'eau de constitution et aux vibrations de déformation des liaisons des molécules d'eau adsorbées entre les feuillets.

-Une bande d'absorption intense entre 900-1200 cm^{-1}. Cette bande est centrée vers 1020 cm^{-1}, elle caractérise les vibrations de valence de la liaison Si-O.

-Les vibrations angulaires du groupement Al-O-H se manifestent par une bande de faible intensité aux alentours de 900 cm^{-1}.

-Les bandes de vibration de ces liaisons Si-O-M (M désigne les métaux Al, Mg et Fe situés en position octaédrique) apparaissent dans l'intervalle 400-550 cm^{-1}.

-Les bandes caractéristiques d'impuretés apparaissent à 1034, 915, 798 et 694 cm^{-}. Elles se manifestent par des épaulements que nous attribuons à la présence du quartz.

-La bande caractéristique de la calcite se situe vers 1390 cm^{-1}.

Tableau 13 : Les principales bandes d'absorption IR (cm^{-1}) des argiles étudiées.

Attribution	Argile Marneuse	Argile Djabl Debbgh
V_{OH} élongation (H_2O)	3620,3454	3680,3410
V_{OH} déformation (H_2O)	3622	1600
V_{SiO} élongation dans le plan	1028	1015
$\delta_{Al\text{-}OH+}$	900	900
$\delta_{Si\text{-}O\text{-}M}$	900	500

Qurtz	902, 800,680	910, 805,700
Calcite	1380	1390

d-Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie des rayons X (EDX) a été utilisé d'une part pour **[51]**:

- l'observation morphologique de surface des argiles.

- la détermination qualitative de la composition en éléments chimiques.

Les observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées sur un appareil de modèle HITACHI TM 1000 au Laboratoire de physique à la faculté des sciences de l'Université de Tlemcen.

Les photographies obtenues en microscope électronique à balayage avec des grossissements différents, ont été effectuées sur une poudre fine de l'argile marneuse.

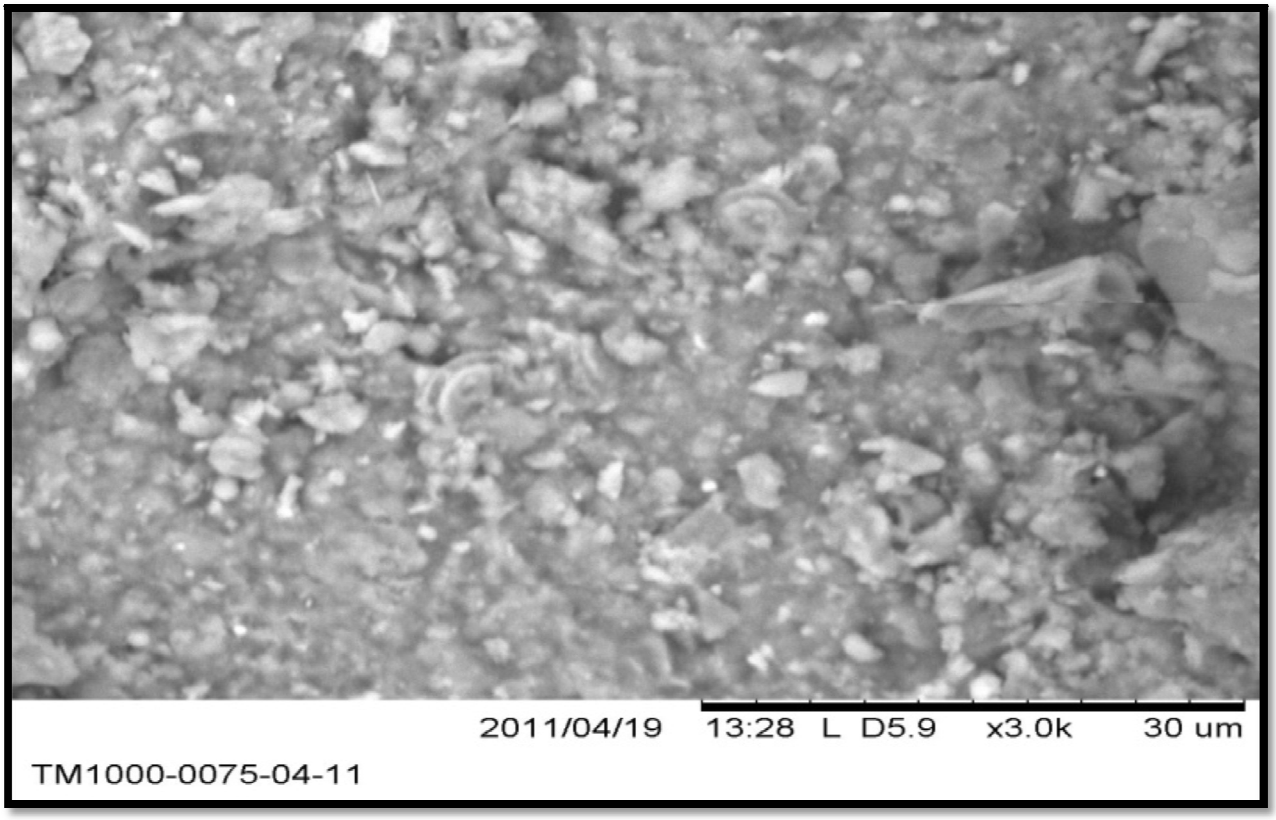


Figure 10 : Photographie d'observation au microscope électronique à balayage de l'argile marneuse (x300) **[50].**

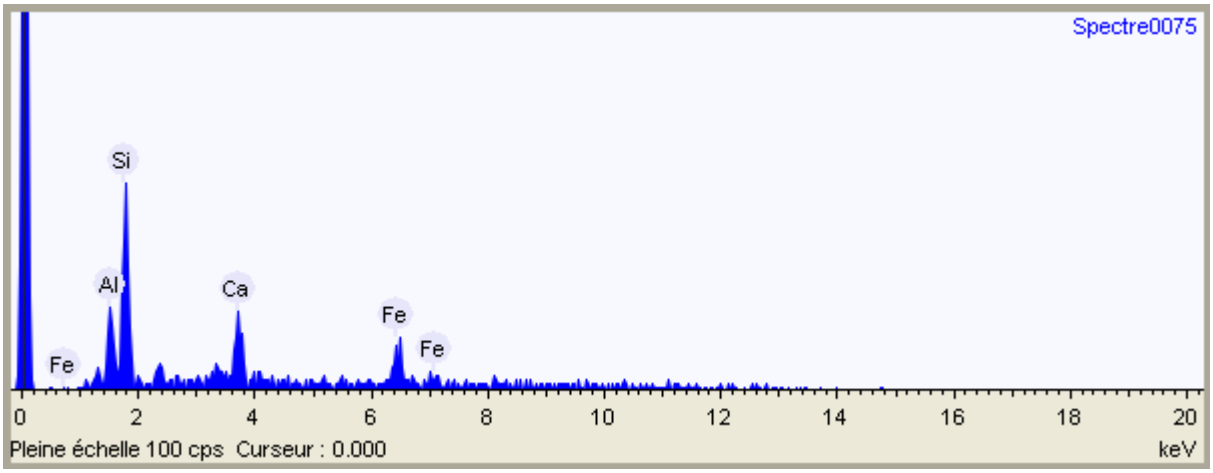


Figure 11: courbe caractéristique des éléments présents à la surface l'échantillon **[50].**

Tableau 14: pourcentage massique des éléments présents à la surface de l'échantillon.

Elément	‰massique
Aluminium	14,3
Silicuim	34,4
Calcium	17,7
Fer	33,6

11 - l'exploitation des argiles

L'argile le matériau le plus anciennement utilise par l'homme dans plusieurs domaines par exemple :

A- dans le domaine de la céramique :

Traditionnellement, les différents secteurs de la céramique se classent en deux groupes :

1- la céramique grossière ou de construction qui comprend les secteurs des briques et tuiles, des tuyaux en grés, des produits réfractaires et des granulats d'argile expansée

2- la céramique fine ou céramique traditionnelle et industrielle, qui regroupe les secteurs des carreaux pour sols et murs, des céramiques ornementales, des appareils

sanitaires, des céramiques techniques et des abrasifs inorganiques. Cependant le terme terres cuites est de plus en plus utilise pour designer les briques et les tuiles a base d'argiles servant de matériaux de construction. Le plus souvent, les briques et les tuiles ont une appellation qui désigne non pas la technique de façonnage utilisée, mais l'usage pour lequel elles sont destinées : briques de parement, de pavage, (pleines, perforées ou creuses), de cheminées et tuiles extrudées ou pressées **[52].**

B - Dans Le domaine de l'argile poterie :

Ce thème de séjour a pour objectif de faire découvrir aux enfants les métrise liés à l'utilisation traditionnelle de l'argile. L'idée principale est de faire le lien entre une matière première et un produit fini **[53].**



Figure 12 : Photographie de l'argile poterie **[52].**

1-Techniques de fabrication de l'argile poterie

Processus de fabrication est similaire, base sur quatre operations essentielles pour la fabrication d'un objet poterie a partir d'une argile (l'explication donné par M. CHANOUFI Mohamed, diplômé de l'école supérieur des Beaux-arts d'Alger) Préparation de la pate, façonnage, Séchage, Cuisson.

a- Préparation de la pâte

La préparation de la pâte a pour but d'éliminer les cailloux et les impuretés, doser les composants, homogénéiser et humidifier le mélange pour obtenir la bonne plasticité de la pâte. Les moyens simples consistent a piétiner ou a battre la terre. Aujourd'hui la matière première est obtenue par mélange des argiles ou terre et des dégraissants dans un broyeur qui rend les grains plus fins.

b- **Façonnage**

Le Façonnage donne a la pate une cohésion suffisante, grâce a l'élimination de l'air occlus dans l'argile et a l'amélioration de l'état plastique de la pate, soit par mouillage additionnel, soit par une injection de vapeur d'eau. Deux procèdes sont principalement utilises dans l'industrie de terre cuite : le filage (moulage ou extrusion) et le pressage. Le procède de mise en forme le plus couramment applique aux pates plastiques est l'extrusion. Elle permet d'obtenir un produit de forme définitive.



Figure 13: Photographie de Façonnage pâte argileuse **[52]**

c – Séchage

Le séchage des produits façonnes avant frittage a pour but d'éliminer l'eau d'humidité qui a été rajoutée au cours de façonnage, avant de procéder a la cuisson. C'est une phase délicate et importante de la fabrication qui doit être minutieusement

contrôlée pour éviter des fissurations, des retraits différentiels importants et des distorsions des produits céramiques. Le séchage est réalise progressivement en contrôlant deux paramètres: la température et l'humidité.



Figure 14 : Photographie de séchage des produits façonnes **[52].**

d – Cuisson

Pour la cuisson, les différentes pièces obtenues sont disposées dans un four à une température de 850 à 1000 °C pendant environ 8 heures.

La cuisson donne aux produits sèches leurs caractéristiques finales adaptées a leur utilisation pour la construction. Cette phase doit répondre a des impératifs techniques et économiques et doit être conduite de façon a obtenir des produits de caractéristiques fonctionnelles satisfaisantes. Il s'agit donc de contrôler plusieurs paramètres qui influencent la phase de cuisson tels que la température, la durée de cuisson et l'atmosphère a l'intérieur du four. L'action de la chaleur sur les pates plastiques obtenues par mélange de plusieurs constituants, conduit a une série de transformations physico-chimiques réversibles ou irréversibles. Ces transformations modifient la texture et la structure du matériau pour obtenir un produit qui possède un certain nombre de qualités propres a l'usage demande.



Figure 15 : photographie d'une poterie artisanale recuite élaborée par l'argile rouge qui fait l'objet de notre étude.

Chapitre II : les moyens expérimentaux utilisés

I-Introduction

Les méthodes et les moyens expérimentaux utilisés pour comprendre la propriété physique-chimique et mécanique de l'argile rouge à comparaison de l'argile blanche, au coure de la présente étude. A cet effet, les argiles naturelles ont été caractérisées par différentes méthode d'analyses physico-chimique et mécanique à savoir la composition chimique.

La granulométrie, le pH-mètre le spectromètre UV, l'infrarouge, l'étuve, la microscopie optique.

II-Matériaux utilisés

L'argile est considéré comme un matériau primaire de grande importance, cette matière présente une variété en termes de composants et de couleurs, tel que l'argile blanche et l'argile rouge.

L'argile rouge du Portugal se caractérise par la résistance obtenue à partir de l'oxyde de fer (Fe_2Co_3).

L'argile blanche espagnole est caractérisée par une longue durée de vie , cette propriété est obtenue grâce à la kaolinite .

.



Figure 16 : Photographie de l'argile rouge et l'argile blanche utilise ou cours de notre étude

III- Matériels utilisés

1-Microscope optique

Le microscope optique nous permet d'observer des échantillons invisibles à l'œil humain ou difficilement observables. Il se base sur les lentilles pour obtenir une image agrandie de ces échantillons **[53].** Un microscope est constitué principalement de l'association de deux systèmes optiques convergents, centrés sur le même axe optique, l'objectif et l'oculaire.

L'objectif : est une association de plusieurs lentilles, ce système optique convergent à une faible distance focale, de l'ordre de quelques millimètres.

En général, un microscope dispose de plusieurs objectifs et oculaires permettant d'obtenir de nombreux grossissements.

La mise au point consiste à déplacer le bloc {objectif-tube-oculaire} à l'aide des boutons de réglage grossier (bouton de commande de la crémaillère) puis de réglage fin (à l'aide du bouton de commande de la vis micrométrique). L'objet est examiné par transparence il faut alors l'éclairer fortement en concentrant sur lui la lumière au

moyen d'un miroir orientable, associé souvent à un système optique convergent appelé condenseur.

L'oculaire : C'est une lentille convergente de plus grande focale (quelques cm)



Figure 17 : Photographie présent l'appareillé de microscope optique

Principe

L'objet est transformé en une image réelle à l'aide d'un objectif. L'image se forme au plan focal d'un oculaire qui va pouvoir en donner ensuite une image virtuelle située à l'infini figure 18. On peut déduire de ce simple schéma que le grossissement de l'appareil dépend non seulement des objectifs et des oculaires mais aussi des distances qui séparent les composants.

Initialement, pour la plupart des constructeurs, la longueur de tube était de 160 mm, sauf Leica qui utilisait des tubes de 170 mm et certains microscopes métallographiques avec des tubes de 250 mm. L'image se forme à 14 mm du plan focal de l'oculaire. Le pas de vis et le diamètre de la monture étaient fixés et universels. Ainsi, on pouvait passer un objectif d'un microscope d'une marque à un microscope d'une autre marque.

Toutefois, depuis quelques années les constructeurs ont mis sur le marché les optiques dites à l'infini. Ces objectifs ne forment plus d'image en un plan défini mais à l'infini. Le faisceau sortant de l'objectif est donc parallèle. Ceci permet de positionner l'oculaire n'importe où. Quel est l'avantage ? On peut intercaler entre l'objectif et

l'oculaire autant d'accessoires que l'on veut sans être obligé de rajouter des lentilles additionnelles de correction. Cependant, les tailles de montures et de pas de vis ont été modifiés rendant impossible le transfert des objectifs d'une marque à l'autre.ert de loupe en grossissant l'image intermédiaire donnée par l'objectif **[54].**

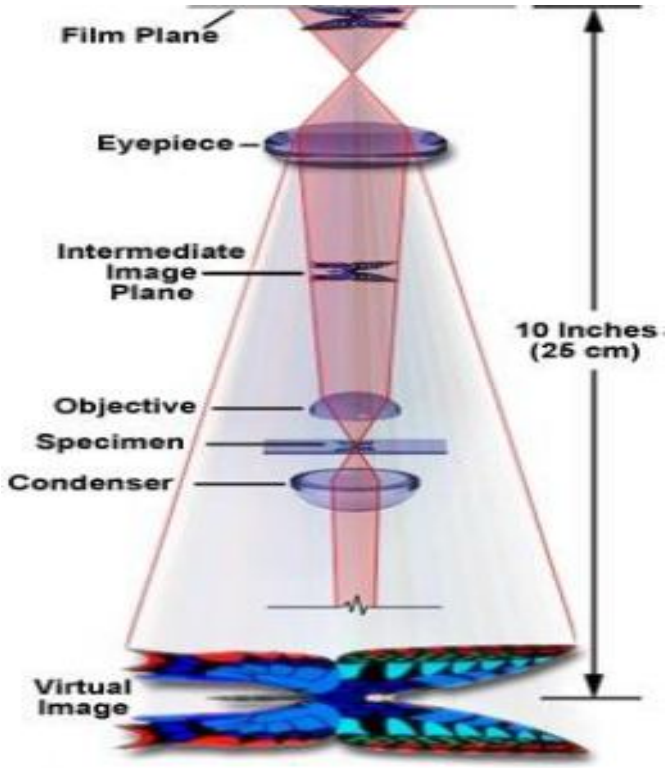


Figure 18 : formation de l'image (principe optique)

2- PH-mètre

Le PH-mètre est un appareil de mesure qui permet de déterminer avec précision le pH d'une solution. Il est constitué généralement d'une électrode en verre reliée à un convertisseur numérique. Lorsque l'électrode en verre est immergée dans une solution de pH inconnu, il s'établit entre les parois externe et interne du verre une différence de potentiel. Celle-ci est fonction de la différence de pH entre la solution de remplissage de l'électrode et la solution de pH inconnu. Cette différence de potentiel provient des échanges de cations à travers la membrane de verre. Ces échanges, très limités, n'affectent pas la composition des solutions.

Le pH-mètre transforme ensuite cette tension en unité pH et indique des valeurs à une décimale. Néanmoins, la mesure du pH devient délicate dans les solutions concentrées et manque d'exactitude **[53].**

La détermination du pH d'une solution est mesurée par un pH-mètre qui indique la différence de potentiel électrique entre une électrode de référence dont le potentiel est fixe et une électrode dont le potentiel varie avec le pH (électrode de verre). Ces deux électrodes doivent être plongées dans la solution à étudier et le potentiel électrique mesuré permet d'obtenir la valeur du pH.



Figure 19 : Photographie présente le pH-mètre **[56]**

3- Papier pH

Le papier pH est une méthode fréquemment employée en raison de sa simplicité d'utilisation et de son coût abordable. Il se présente sous la forme de bandelettes de papier imprégnées de réactifs qui changent de couleur selon le pH de la solution. Ses inconvénients majeurs sont son inexactitude de mesure due à l'étendue de la zone de virage, et la subjectivité d'appréciation des couleurs par l'utilisateur. De plus, les couleurs par l'utilisateur. De plus, les couleurs différents suivant la marque du papier et ses constituants.



Figure 20 : présente le papier pH **[57]**

L'échelle de l'acidité

Il s'exprime selon une échelle de [0-14], il est de valeur faible avec pH < 6.5 indiquant une acidité, la valeur > 7 correspond à un pH basique, la valeur 7 indique un milieu neutre.

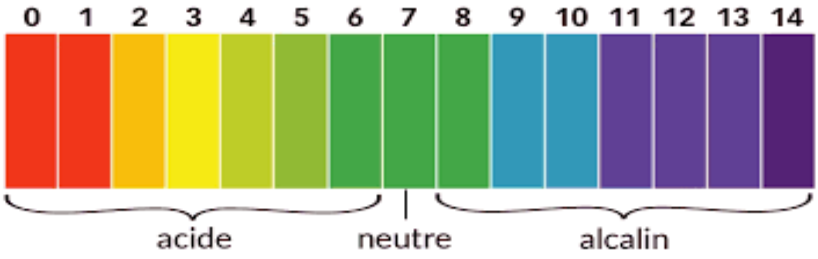


Figure 21 : présent 'échelle de l'acidité **[6]**

4-Etuve

Une étuve, lieu caractérisé par sa chaleur, peut être de deux type : Sèche (à chaleur sèche) ou humide (on y fait pénétrer de la vapeur d'eau).

- **Une étuve de laboratoire**

Est un appareil de chauffage fonctionnant le plus souvent à la pression atmosphérique (parfois sous vide ou sous gaz neutre) et permettant d'effectuer divers traitements thermiques à température régulée.

- **Etuves de cuisson et de séchage**

Le thermostat peut être réglable de 30 à environ 300℃ (avec une régulation à± 2℃ prés ou mieux, au-delà et jusqu'à 1500℃, on parle de four.

Le chauffage peut se faire par convection, le brasage interne de l'air se faisant naturellement (pas de ventilateur), ou avec ventilation, ce qui assure un transfert thermique raide et une bonne homogénéité de température **[55]**. Les étuves thermostatiques sont généralement ventilées (au moyen d'une turbine de brassage entrainée par un moteur électrique), équipées de puissantes, d'un résistances électrique, d'un thermostat de sécurité réglable, de grilles métalliques amovibles et d'un système d'évacuation (par aspiration) des gaz de cuisson. Certaines disposent d'une surface vitrée en face avant pour suivre une expérience.



Figure 22 : Photographie présente Etuves de séchage

Les étuve de laboratoire est un appareil compact utilisé

- Dans le domaine des matériaux composites (par exemple), pour assurer la pré polymérisation et la cuisson (polymérisation) de pièces à base de résines thermodurcissables
- Pour effectuer des post-cuissons
- Pour réaliser divers essais (séchage, teneur en extrait sec**[56],** taux de gonflement, dissolution, traction, ect.)
- Ou simplement pour ramollir des matériaux thermoplastiques (coupe facilitée) ou de les rendre applicables (par diminution de la viscosité) **.[59]**

5-La balance

Les balances de laboratoir sont une combinaison parfaite de performances, de fiabilité et de simplicité d'utilisation le figure 23, présente un balance on vas utulisé pour mésuré le poide .



figure 23 : Photographie présente le balance

6-La spectroscopie infrarouge (parfois désignée spectroscopie IR)

Est une classe de spectoscopie qui traite de la région infrarouge du spectre électromagnétique. Elle recouvre une large gamme de techniques, la plus commune étant un type de spectroscopie d'absorption . Comme pour toutes les technique de spectroscopie, elle peut etre employée pour l'identification de composés ou pour déterminer la composés ou pour déterminer la composition d'un échantillon. Les tables de corrélation de spectroscopie infrarouge sont largement présentes dans la littérature scientifique **[53].**



figure 24: Photographie présente le montage de sepectroscopie IR

‘

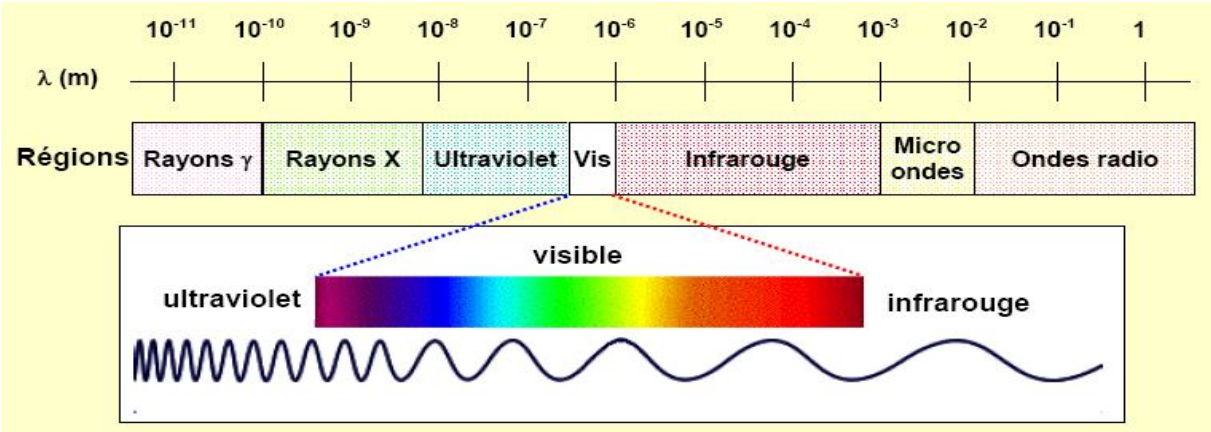


Figure 25:représente l'échele de IR **[60]**

7-UV la spectrophotométrie

✓ Principes de la spectrophotométrie

La spectrophotométrie est une technique d'analyse qualitative et quantitative, de substances absorbant un rayonnement électromagnétique de longueur d'onde comprise entre 300 et 900 nm avec le type d'appareil utilisé. Lorsqu'une substance absorbe dans le domaine du visible (400 nm < λ < 700 nm), l'œil ne perçoit en regardant cette substance, que les radiations non absorbées, c'est pourquoi celle-ci apparaît colorée, de la couleur complémentaire à celle de la radiation absorbant.



Figure 26 : Photographie présente spectrophotomètre uv-visible

✓ Principe

Soit un faisceau parallèle de lumière monochromatique (de longueur d'onde λ) d'intensité P0 traversant une solution absorbante de concentration C sur une longueur de cuve de 1 cm. L'intensité du faisceau émergeant est P . On définit la transmit tance par:

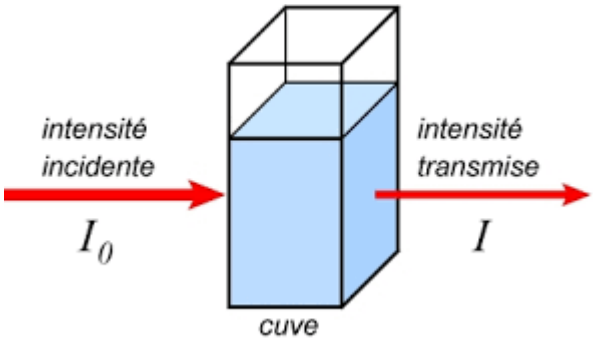


Figure 27 : présenté une cuve **[53]**

✓ **Utilisation du spectrophotomètre**

L'appareil comprend :Une source lumineuse (lampe à iode) Un dispositif optique (prisme ou réseau) permet de sélectionner une longueur d'onde, afin de disposer d'un faisceau quasi monochromatique.

Après avoir traversé une cuve contenant le solvant seul ou la solution étudiée, le faisceau arrive sur une cellule photoélectrique permettent de mesurer l'intensité lumineuse émergente.

Il est préférable de tenir les cuves par l'extrémité supérieure afin de ne pas laisser de traces de doigts sur la partie traversée par le faisceau lumineux. Les cuves doivent être remplies avec précaution afin d'éviter la formation de bulles. On les essuie avec du papier Joseph avant de les introduire dans le porte-cuve.

8- Four

Un four est une enceinte maçonnée ou un appareil, muni d'un système de chauffage puissant, qui transforme, par la chaleur, les produits et les objets.

En cuisine, il permet de cuire des aliments. Dans un processus de production d'objet, le four permet le traitement d'objets par la chaleur : poteries, céramiques, verres, métaux **[61].**

Le four est au centre de la poterie, c'est un élément majeur de l'atelier du céramiste. Choisir son four est une question fondamentale qui mérite qu'on y réfléchisse. Plusieurs éléments sont à prendre en considération : la température, le volume, l'énergie, le type de four, le budget.

Le photographie 28, présentée un four, il permet de cuire la déférente grosse pièce que vous souhaitez réaliser dans la maison de l'artisanat, Ain d'hab.-Media, le four de la maison de de condition suivante :

- Température : la température qui dépond principalement du type de céramique ; la température de recuit de la plus grosse pièce est 920°C
- L'énergie : c'est un four électrique, c'est facile, pratique et flexible

L'atmosphère : les pièces peuvent être cuite dans atmosphère oxydante, c'est-à-dire on présence d'oxygène.



Figure 28 : photographie présente le four recuit de poterie

9-Granulométrie

La granulométrie est l'étude de la distribution statistique des tailles d'une collection d'éléments finis de matière naturelle ou fractionnée. L'analyse granulométrique est l'ensemble des opérations permettant de déterminer la distribution des tailles des éléments composant la collection. La distribution granulométrique est la représentation sous forme de tables, de nombres ou de graphiques, des résultats expérimentaux de l'analyse granulométrique. On associe parfois à l'analyse granulométrique l'analyse de la distribution statistique de la forme des grains, il s'agit de la granulomorphie.

- ✓ **Principales méthodes de mesure**

1. Tamisage à sec : supérieur à 100 µm
2. Tamisage humide : supérieur à 30 µm
3. Sédimentométrie : 1 µm à 100 µm
4. Centrifugation analytique: 0,01 µm à 20 µm
5. Diffraction laser : 0,01 µm à 3 mm
6. Microscopie : 50 µm à 1 m
7. Potentiel Zêta : 3 nm à 10 µm**[62]**



Figure 29 : photographie présente le Granulométrie

10-Centrifugeuse

Une centrifugeuse est un appareil destiné à imprimer une accélération, grâce à un mouvement de rotation, à un mélange liquide-solide (par exemple, un colloïde). Le plus souvent, le mélange est déposé dans un récipient perforé de multiples orifices, la taille de ceux-ci étant suffisamment grande pour laisser passer le liquide et assez petite pour empêcher le passage du solide. Ce type d'appareil peut aussi servir à séparer les mélanges constitués de parties ayant une densité différente.

L'essoreuse à salade en est une : sous l'effet de la rotation, une accélération due à une force centrifuge est appliquée au contenu. Les feuilles de laitue sont bloquées par les parois du panier perforé et l'eau est éjectée sur les parois du récipient : le corps dense est séparé du corps moins dense.

Ces appareils trouvent des applications technologiques et industrielles très importantes :

- en biologie ;
- en dessiccation de boues ;
- en industrie nucléaire ;
- dans la formation des astronautes et l'entrainement des pilotes militaires **[63].**



Figure 30: photographie présente le centrifugeuse

Chapitre III: Techniques expérimentales

Introduction

Dans le présent chapitre, relatif à la partie expérimentale, nous nous sommes intéressés à la réalisation des expériences correspondantes aux études des comportements des deux types d'argiles (l'argile rouge et blanche). Des solutions utilisées au cours de notre étude ont été préparées avec une certitude et recommandations relatives au produit hygiénique, des liquide comme l'eau distillée, la soude et le bleu de méthylène de concentration 8mg /L.

Ce travail expérimental comporte deux volets essentiels :

- le premier regroupe l'analyse granulométrique, le Taux d'humidité, indice de gonflement et le Recuit des échantillons
- le deuxième consiste à l'étude de l'acidité des solutions, la composition des argiles

1-La granulométrie

L'analyse granulométrique à pour objet de déterminer la grosseur des grains qui constituent les granulats et le pourcentage de chaque grosseur. Il est effectuée grâce à une colonne des tamis (0.4 - 0.315 - 0.2 - 0.16 - 0.1 - 0.069 μm), les tamis sont emboités les uns sur les autres dans un ordre tel que la progression des ouvertures de colonne soit croissante du bas ver le haut dans un premier temps , voir la figure 31.

Dans un second temps, on prend des prises d'essai des échantillons ayant une masse de notée p_0 = 240 g, de l'argile rouge et l'argile blanche. Chaque échantillon est séché à l'étuve pendant 24 heures sous une température de 105°C. Finalement, les échantillons sont ensuite versés dans la colonne des tamis. On appellera tamisât (T) le poids passant à travers le tamis donné et refus le poids de matériau retenu (p) par ce même tamis .Le refus de tamis (RT) est calculé selon la formule :

$$\mathbf{RT(\%) = (p/p_0)*100 \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ 05}$$

$$\mathbf{Le\ tamisât\ (T\%) = 100- RT \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ 06}$$



Figure 31 : photographie présente la colonne des tamis de l'analyse granulométrique

2-Taux d'humidité

L'humidité résiduelle est définie comme la masse perdue après séchage d'un Échantillon, sa mesure permet de déterminer le poids sec de cet échantillon.

Nous avons séché deux échantillons (m_0 =10 g) de l'argile rouge e l'argile blanche les deux échantillons broyés et tamisés, dans une étuve à 105°C pendant 24 h puis nous avons pesé la quantité jusqu' à ce que le poids reste constant (m).
L'humidité (H en % massique) est donnée alors par la formule suivante :

$$H\,(\%) = (m_0 - m / m_0) * 100 \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots 07$$

Et pour déterminé le taux d humidités de deux cubes de l'argile rouge et blanche(les cubes c'est le résultat de mélangé l'eau avec l'argile), nous avons séché les deux cube dans un étuve à 105°C pendant 24 h puis nous avons pesé la quantité jusqu'à ce que le poids reste constant, est donné alors par la formule suivante :

$$H\% = (m_{eau} / m_s) * 100 = (m_t - m_s / m_s) * 100 \ldots\ldots\ldots\ldots 08$$

avec **:**

m_{eau} : la masse d'eau en (g)

m_s : la masse de l'échantillon sec (g)

m_t : la masse de l'échantillon humide (g)

Séchage de l'échantillon pour déterminé ρ :

$$\rho_1 = (m_1) / (V_{cube1}) \text{.....09}$$

$$\rho_2 = (m_2) / (V_{cube\ 2}) \text{……..10}$$

avec **:**

- m_1 : La masse de l'argile avec l'eau distillée on (g)
- $V_{cube\ 1}$: Le volume du cube (cm^3)
- m_2 : La masse de l'échantillon (cube) sec (g)
- $V_{cube\ 2}$: Le volume du l'échantillon (cube) sec (g)

3-Indice de gonflement

Dans une éprouvette graduée de 100 ml avec 50 ml d'eau distillée, ajouter 0.5 g d'argile dans un premier temps, après 45 min ajouter encore 0.5g d'argile. Après 2 h on note le volume de gonflement.

Indice de gonflement =[(volume de gonflement – 50) / (50- humidité)]*100



Figure 32: photographie présente la conséquence du gonflement de l'argile rouge

4-Recuit des échantillons

On présence d'oxygène, on disposées des pièces (des cubes et cylindres) dans un four à une température de 920°C pendant environ 24 heures, puis nous avons pesé la masse des différentes pièces de deux types d'argile.



Figure 33: photographié présente des pièces d'argile avant le recuit

5-Mesure du pH

a -Expérience 1:

La détermination du PH est nécessaire pour quantifier l'apport de l'acidité lorsque le solide est en contact avec la solution. Une solution à 10% d'argile (m/v) est préparée avec de l'eau distillée, le mélange est laisser repose sera 4 h à 25°C . Pour permettre aux ions de passer en solution, la solution d'argile obtenue est homogénéisée par un agitateur magnétique, on mesure le PH de solution par un pH-mètre



Figure 34: photographie présente le pH de solution avant la filtration

Après la filtration de deux solution, on mesuré le pH des solutions voir le figure 35.



Figure 35: photographie présente le pH de solution après la filtration

Pour tracer la courbe pH on fonction de volume de l'acide chlorhydrique on fait le titrage de la solution (eau + l'argile) par l'acide chlorhydrique.

On prendre 20 ml de chaque solution (eau +l'argile) dans un bécher et on fait le montage représente dans le figure 36**.**

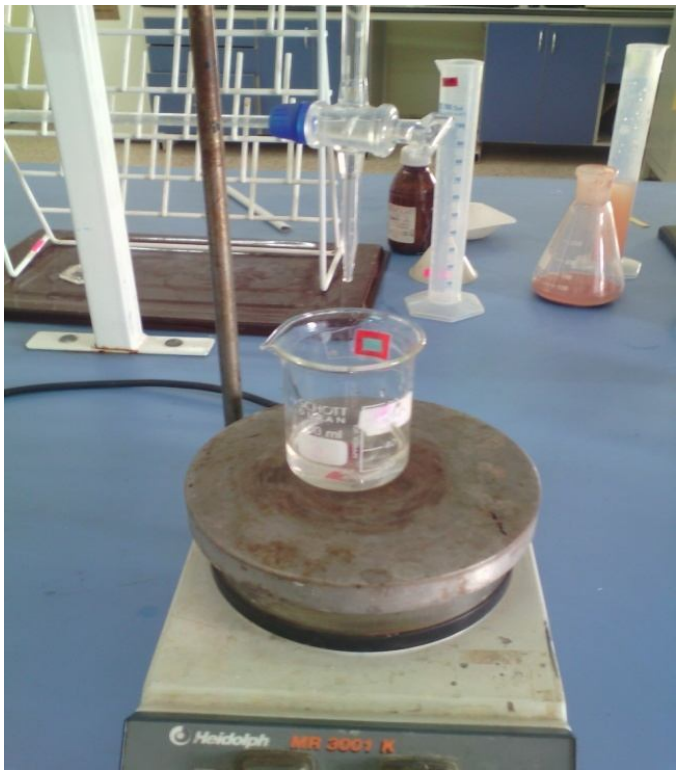


Figure 36: photographie de titrage après la filtration

b -Expérience 2 :

Nous agitons chaque fois dans deux béchers [1g, 2g, …, 20g] de matériau (l'argile rouge et l'argile blanche) avec 200 ml d'eau distillée, pendant 10 min de agitation, nous mesurons les pH des liquides surnageons de deux béchers grâce à pH-mètre , voir le figure 37.

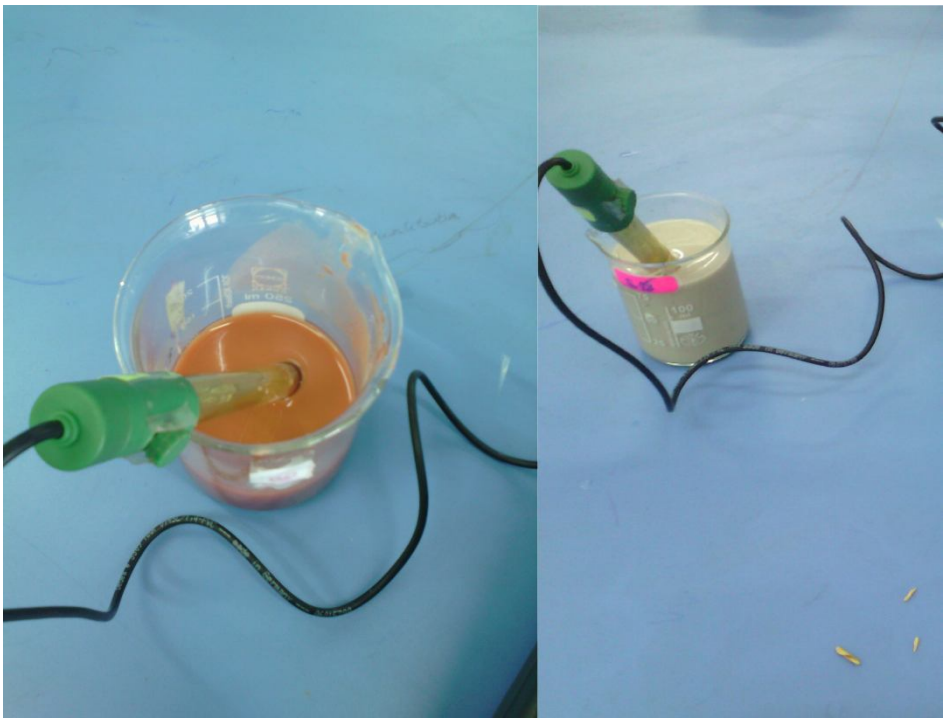


Figure 37 : photographie présente le mesure du pH de solution

Pour déterminé la concentration de chaque un bécher (les béchers de l'argile rouge et blanche) on fait la neutralisation de mélange avec la solution de soude (NaOH), et on lire le volume du NaOH au temps du change la couleur, voir figure 38 .

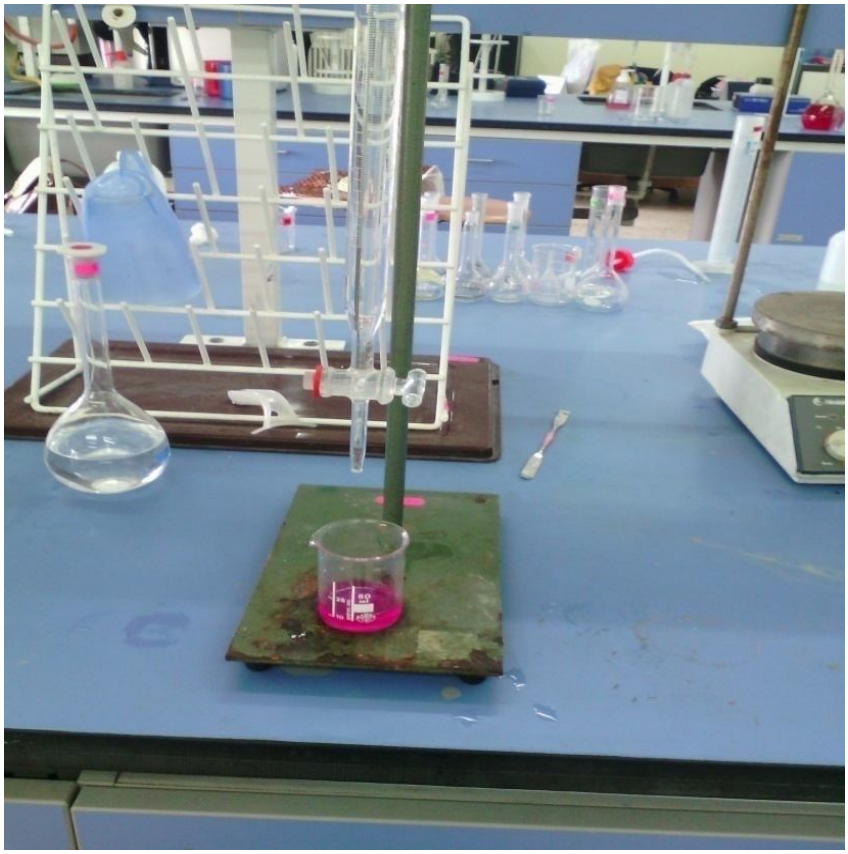


Figure 38 : photographie présente changement le colure de solution

- ✓ **Le principe de la neutralisation** : la neutralisation d'un effluent consiste à ramener son pH (par acidification ou par alcalinisation) à Une neutralisation est le mélange d'un acide avec une base Figure 39. La réaction générale d'une neutralisation

$$H_3O^+_{(aq)} + OH^-_{(aq)} = 2H_2O \text{……..11}$$

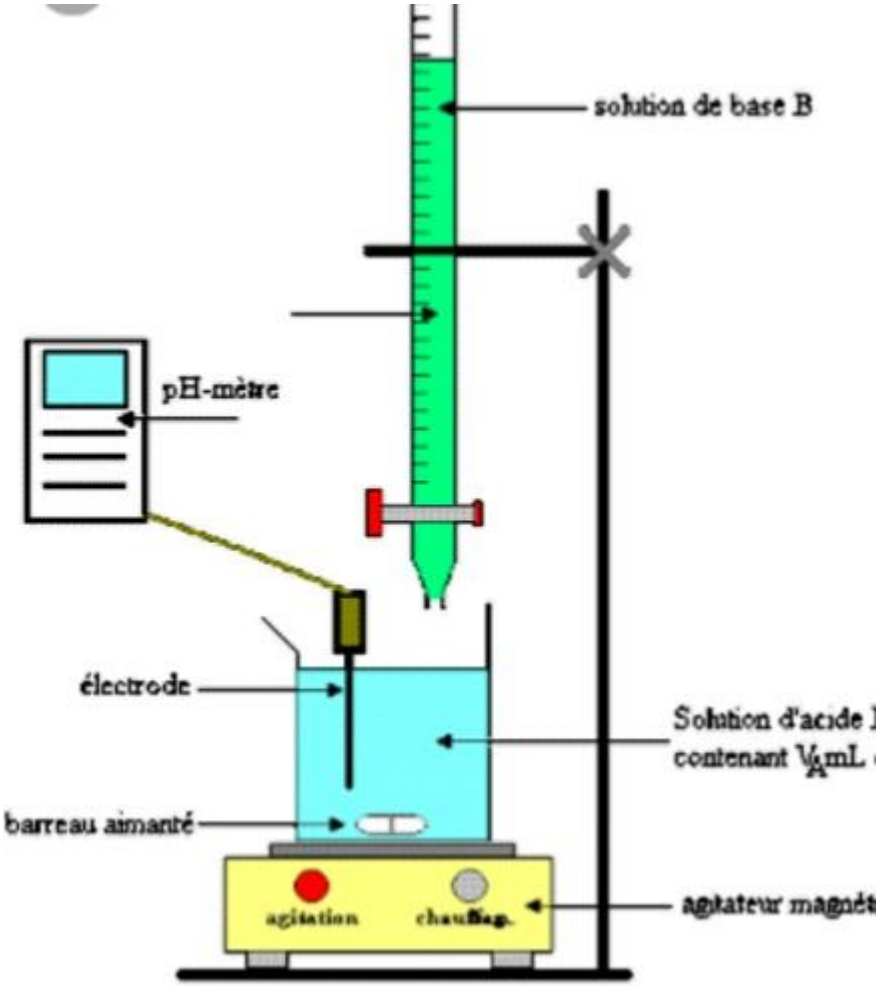


Figure 39 : schématiser représente la neutralisation d'une solution d'acide

6-Influence de la variation de la masse des adsorbants (AR et AB) sur l'adsorption du bleu de méthylène

L'expérience a été effectuée en agitant, à la température ambiante 25° C, différentes masses des adsorbants (Argile Rouge et Blanche) avec des solutions de bleu de méthylène (8mg\l) et de volume 25 ml pendant 30 min après la centrifugation et la filtration de mélange, les liquides surnageant sont dosés par la méthode spectroscopique figure 40 .



Figure 40 : Une photographie présente Influence des adsorbants (AR et AB) sur l'adsorption du bleu de méthylène

1-Préparation de la solution aqueuse mère du bleu de méthylène :

La concentration massique de la solution mère de bleu de méthylène est égal 1g\l, elle est obtenue en faisant dissoudre 0.1g de bleu de méthylène dans 100 ml de l'eau distillée.

2-Traçage de la courbe d'étalonnage :

A partir de la solution mère de Bleu de méthylène on prépare une série des solutions filles par dilution de la solution étalon mère dans des fioles jaugées 100 ml. Pour déterminer les densités optiques des solutions filles à λ_{maX} = 676 nm, non avons Utilisé le spectrophotomètre UV. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant.

Chapitre IV : Résultats et discussion

I - Introduction

Ce chapitre regroupe tous les résultats obtenus par des déférentes techniques appliquées sur les deux types d'argiles qui ont servi à l'étude. La connaissance des propriétés physico chimique de l'argile rouge et celles de l'argile blanche est remarquable. A cet effet, un dépouillement des propriétés relatives à la structure des argiles étudiés est nécessaire afin d'expliquer leurs aptitudes d'adsorption.

II – Les résultats obtenus de l'argile rouge

1- L'analyse granulométrique

Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau 15, elles sont aussi représentés graphiquement par la courbe granulométriques cumulatives données dans la figure 41.

Tableau 15 : Résultats de la granulométrie du l'argile rouge

D(μm)	P de l'argile rouge	Rt de l'argile rouge%	T de l'argile rouge %
Plateau	1.02	0.42	99.58
0.069	1.6	0.66	99.34
0.1	41	17.08	82.92
0.16	54.6	22.75	77.25
0.2	67.4	26.83	73.17
0.315	72.2	30.08	69.92
0.4	1.6	0.66	99.34

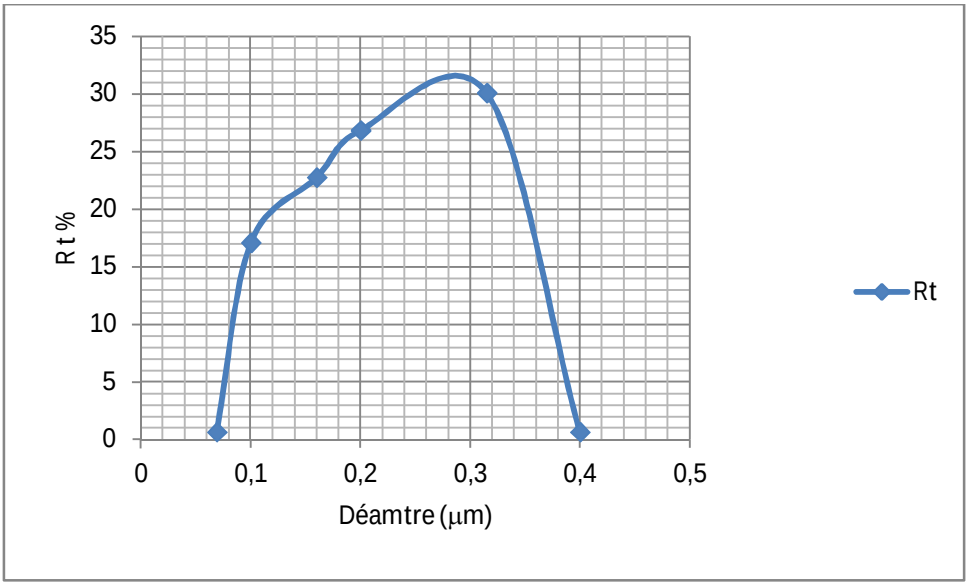


Figure 41 : Courbes granulométriques du l'argile rouge

2-Taux d'humidité

Les résultats reflètent bien les caractéristiques particulières de l'argile rouge. La capacité de rétention en eau est égale à 3.09 %, et les résultats obtenus sont aussi récapitulés dans le tableau 16**.**

Tableau 16: Taux d'humidité des matériaux (l'argile rouge)

La masse	L'argile rouge
m_0(g)	10
m(g)	9.7
H(*%*)	(10-9.7) /9.7=3.09

- ✓ Taux d'humidité d'un Cube (le cube c'est le résultat de mélange l'argile avec l'eau distillé)

m_t= 67.35 g m_s = 53.448 g m_{eau} =13.90g

$$H\% = [(67.35 - 53.44) / 53.44] * 100 \quad \text{.....12}$$

$$H\% = 26.01\ \%$$

- ✓ Séchage des échantillons pou déterminé la masse volumique

- La masse de la matière premier (l'argile rouge) : m_1 = 93 g
- La masse de l'argile avec l'eau distillé : m_2 = 123.92 g
- Le volume d'eau est : V = 39.88 ml
- Le volume du cube est :V_{cube} = 67cm^3

Donc la masse volumique de l'argile rouge est égale : p_1

$$\rho_1 = (m_2) / (V_{cube}) \text{.....13}$$

$$\rho = 1.84\ g/cm$$

Après le séchage :

- La masse du cube est : m_3 =105.61 g
- Le volume du cube : V_{cube} =46 cm^3 ap

Donc : ρ_2= 2.29g/cm

3-Indice de gonflement

Le degré de gonflement varie d'une famille argileuse à une autre, selon l'hydratation. Cette hydratation conduit à une augmentation de volume . donc l'indice de gonflement de l'argile rouge est égale à 0.41 %

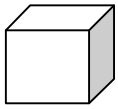
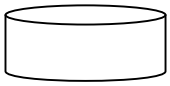
$$\mathbf{Ig= [(50.1 - 50)/(50 - 26)] \times 100 \text{.....14}}$$

$$Ig = 0.41\%$$

4-Recuit des échantillons

Pour la cuisson, les différentes pièces (un cube et un cylindre) obtenues sont disposées dans un four à une température de 920°C pendant environ 24 heures. Les résultats obtenus regroupé dans le tableau 17.

Tableau 17 : résultats de cuisson des échantillons de l'argile rouge

	
m_1 = 357.87g ↓ m_2 = 228.89g	m_1 = 110.86g ↓ m_2 = 70.14 g

5 -l'analyse par microscope optique

Plus que la surface de l'argile est bosselée plus que l'adsorption augmente et la surface d'échange sera importante.

La figure 42 représente une prise de vue de l'argile rouge et elle indique sa structure métallographique

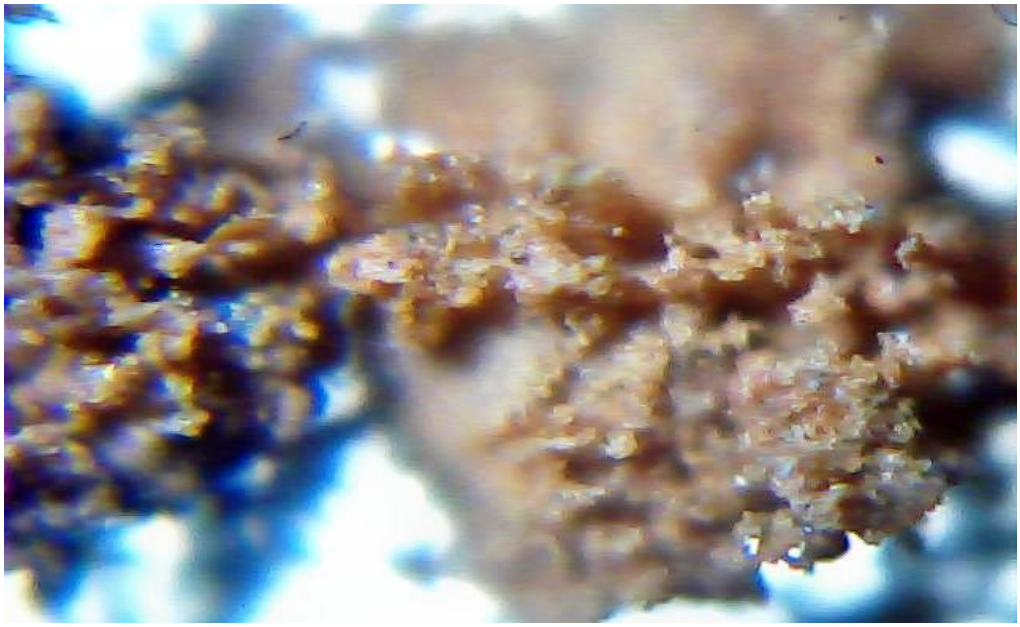


Figure 42 : Prise de vue de la structure de l'argile rouge obtenue par une observation métallographique X1000

6 -Mesure du pH : Des mesures des titres et des valeurs des pH ont été réalisées sur différentes solutions et qui sont répertoriées comme suit :

a- Expérience 1 :

Les résultats de titrage de solution (l'eau l'argile rouge) avec l'acide chlorhydrique, sont récapitulés dans le tableau 18, et sont aussi représentés graphiquement dans la figure 43 **.**

Tableau 18 : Résultats de titrage (solution avec l'acide chlorhydrique) de l'argile rouge

V_{HCl}(ml)	0	1	2	3	4	5	5.5	6	6.5	7
pH	8.28	7.67	7.2	6.9	2.9	2.28	1.9	1.87	1.67	1.62
V_{HCl}(ml)	7.5	8.5	9	9.5	10	10.5	11	12	13	13.5
pH	1.57	1.53	1.4	1.33	1.23	1.16	11.04	0.94	0.86	0.86

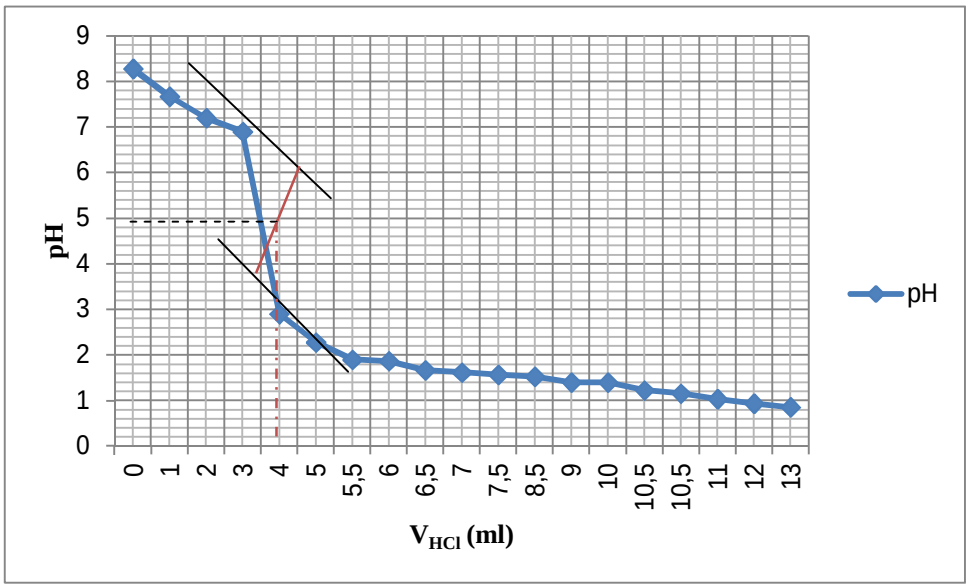


Figure 43 : représente la variation du pH on fonction du HCl

✓ Au point d'équivalente

Le pH du solution est : $pH_{(eq)} = 4.35$

Le volume du HCl est : $V_{HCl(eq)} = 3.2$ ml

Donc la concentration de solution à l'équilibre est :

$$C_1 V_1 = C_2 V_2 \text{.....15}$$

$$C_2 = 0.013\ N$$

où :

C_1 : la concentration de l'acide chlorhydrique

C_2 : la concentration de solution (l'eau avec l'argile rouge)

V_1 : le volume de l'acide chlorhydrique

V_2 : le volume de solution (l'eau avec l'argile rouge)

b-Expérience 2 :

Les résultats du neutralisation de mélange (eau et l'argile) avec la soude NaOH , présenté dans le tableau 19 et 20 , et graphiquement dans le figure 44.

Tableau 19 : Résultats de mesure de pH des matériaux avec l'eau distillée

La masse(g)	1	2	3	5	6	8	10
PH	6.1	6.2	6.3	6.4	6.5	6.5	6.5
La masse(g)	12	14	16	18	20	25	
pH	6.5	6.7	6.8	6.9	7.83	7.1	

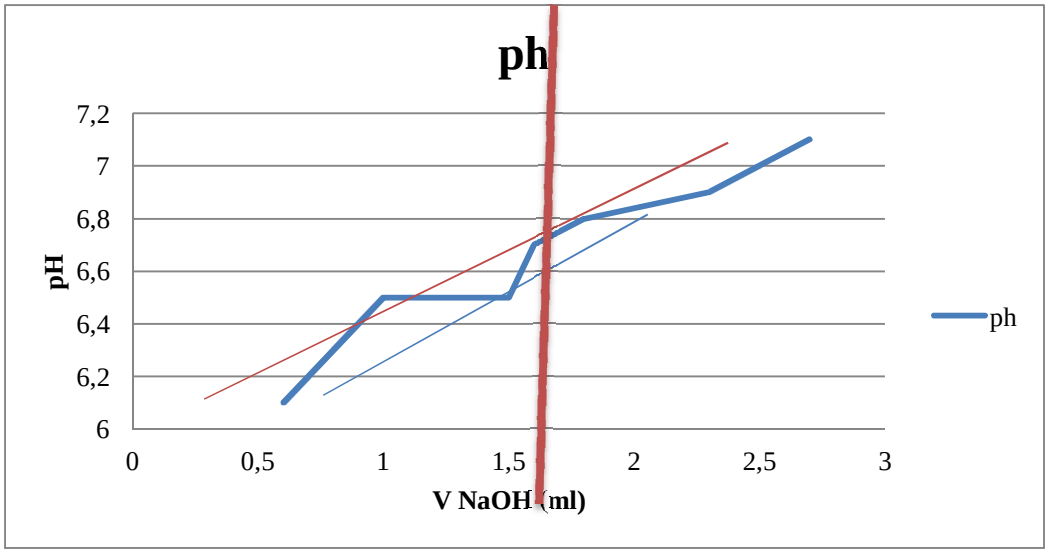


Figure 44 : Courbe qui présente la variation du pH on fonction du NaOH lors du titrage la solution contenant l'argile

7 -Caractérisation par Infrarouge

L'analyse par IR de l'échantillon de l'argile rouge purifié enregistré dans l'intervalle 4000 cm^{-1} - 400 cm^{-1}

Pour l'argile rouge naturelle et recuit :

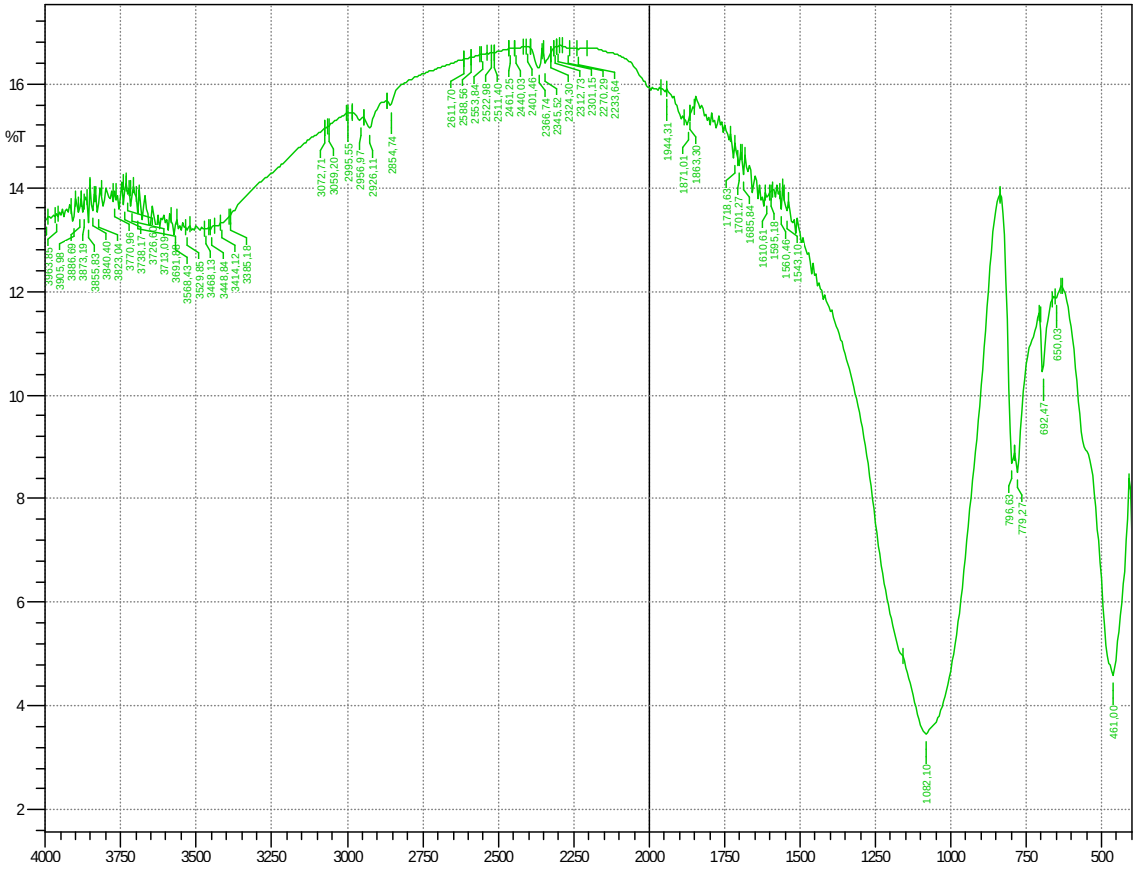


Figure 45: Spectre infrarouge de l'argile rouge naturelle.

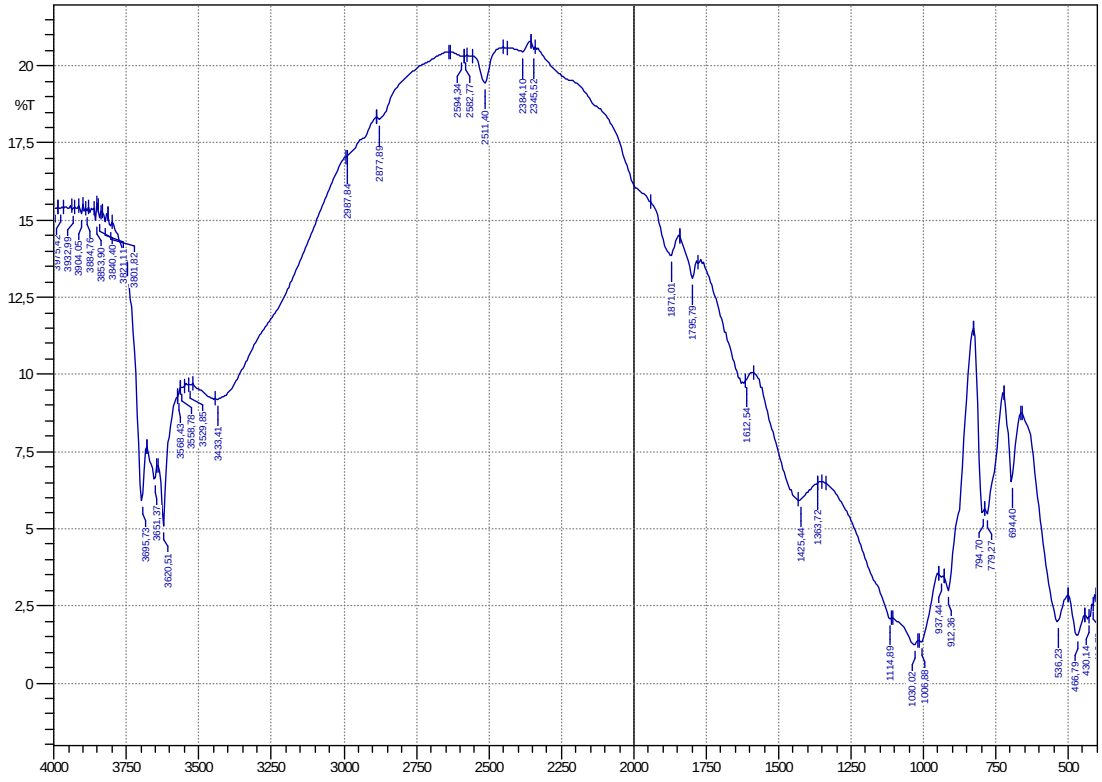


Figure 46 : Spectre infrarouge de l'argile rouge recuit

Tableau 21 : Attribution des bandes de vibrations des spectres IR de l'argile rouge naturelle

Nombre d'onde v(cm^{-1})	**Assignement de bande de l'argile rouge**
369.1	ν O-H interfeuillet
3414	ν O-H d'hydratation d'eau
1082	Si – O
461	Si – O
796.63	Si – O du quartz
692.47	Al – OH

Tableau 22 : Attribution des bandes de vibrations des spectres IR de l'argile rouge(recuit)

Nombre d'onde ν(cm^{-1}brut)	**Assignement de bande de l'argile rouge**
3695.73	ν O-H interfeuillet ν O-H de surface de grains
3620.37	ν O-H interne au feuillet
3651.37	Fe^{3+}… ν O-H
3433	N O-H d'ydratation d'eau
1114.89	Si - O
1030.02	ν Si-O-Si
1006.88	ν Si-O-Si
536	Al-O
466.79	Al-O
430.14	Si - O

D'après ces résultats, les principaux constituants minéralogiques sont : la silice et l'alumine: ces deux éléments constituent la structure des argiles ce qui montre la présence du sable dans ces argiles

8 -Influence de la variation de la masse du l'argile rouge sur l'adsorption de bleu de méthylène :

✓ **Traçage de la courbe d'étalonnage**

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant.

Tableau 23 : Résultats de la adsorbions

Cmg/l	0	1	2	4	6	8	10
DO	0	0.089	0.190	0.330	0.50	0.649	0.793

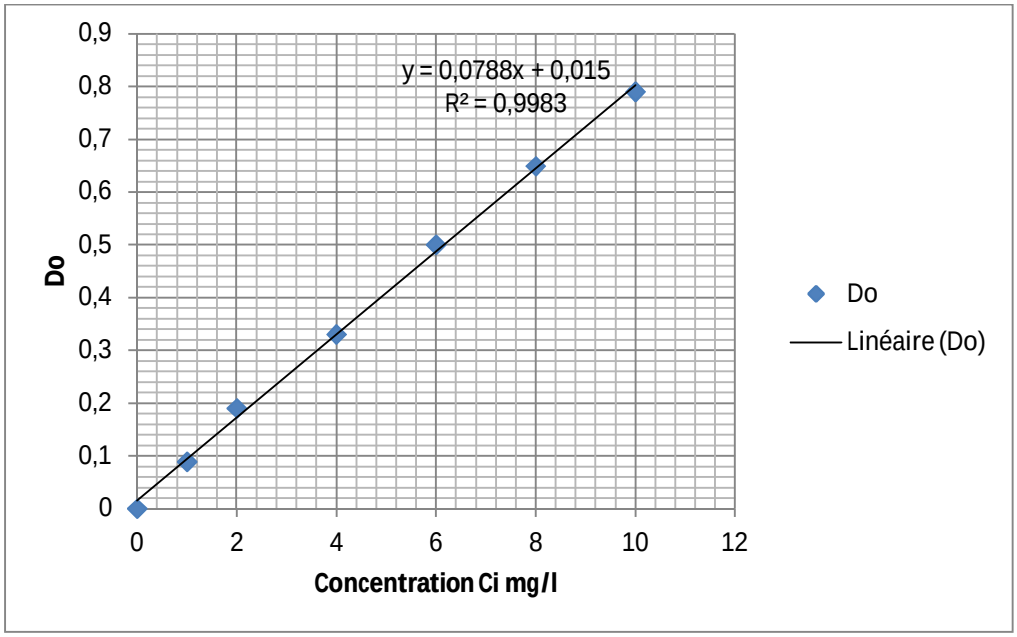


Figure 47 : la courbe d'étalonnage du bleu méthylène

Les résultats obtenues de Influence de la variation de la masse du l'argile rouge sur l'adsorption de bleu de méthylène sont portées dans le tableau 24, et graphiquement dans le figure 48 .

Tableau 24 : résultats du Influence de la variation de la masse de l'argile rouge sur l'adsorption de bleu méthylène.

Masse m (g)	1	2	3	4	5
Do	0.349	0.313	0.281	0.257	0.220
C mg /l	4.1	3.75	3.4	3.1	2.6
C/Ci	0.51	0.46	0.42	0.38	0.32

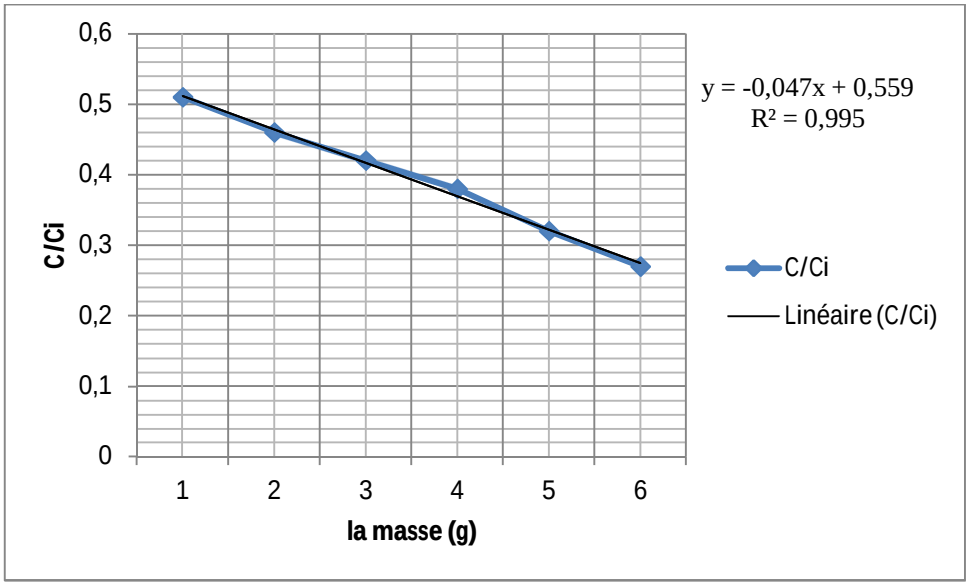


Figure 48 : Influence de la variation de la masse des adsorbants (l'argile rouge) sur l'adsorption bleu de méthylène

On va trouvé le modèle expérimentale établi lors de cette étude :

$$\mathbf{y = 0.047\ x + 0.559\ldots\ldots\ldots\ldots 16}$$

$$R^2 = 0.995 \text{ (erreur de 0.005 \%)}$$

$$(C/Ci)\text{ restante} = 0.559$$

III – résultats de l'argile blanche

1-l'analyse granulométrique

Les résultats obtenu par l'analyse granulométrique regroupé dans le tableau 25, et aussi graphiquement dans la figure 49.

Tableau 25 : Résultats de la granulométrie du l'argile blanche

D(µm)	P de l'argile blanche	Rt de l'argile blanche%	T de l'argile blanche%
Plateau	0.98	0.40	99.59
0.069	1.5	0.62	99.73
0.1	38.6	16.08	83.91

0.16	49.5	20.62	79.37
0.2	63.4	26.41	73.58
0.315	84.2	35.08	64.92
0.4	1.4	0.58	99.41

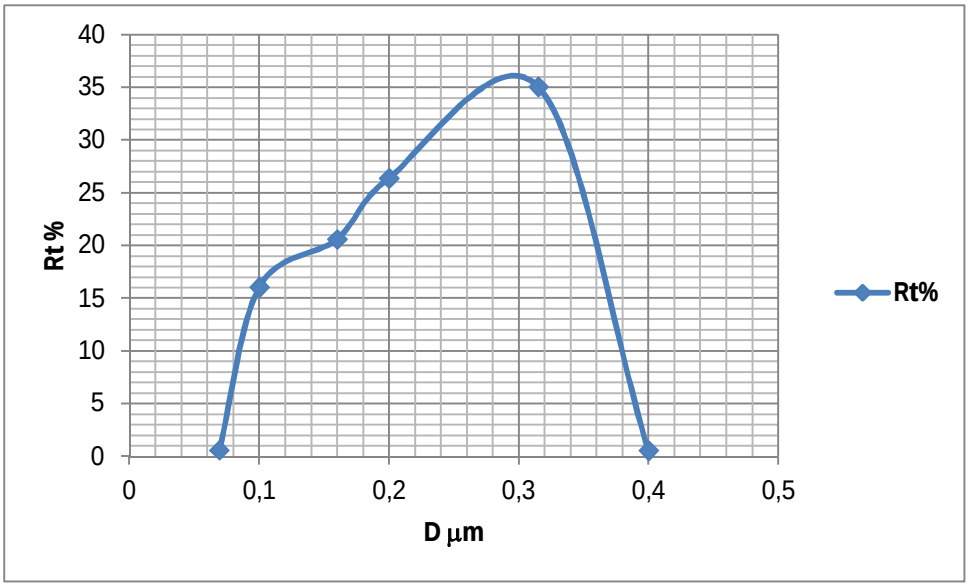


Figure 49 : Courbes granulométriques du l'argile blanche

2-Taux d'humidité

La capacité de rétention en eau est égale à 4.82 % , les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau 26**.**

Tableau 26: Taux d'humidité des matériaux (l'argile blanche)

/	L'argile blanche
m_0(g)	10
m(g)	9.54
H(%)	4.82

- ✓ Taux d'humidité d'un Cube (le cube c'est le résultats de mélange l'argile avec l'eau distillé) .

mt =67.35 g ms =51.69 g m_{eau} = 15.66 g

$$\mathbf{H\% = [(67.35 - 51.69) /51.69]*100 .....17}$$

$$H\% = 30.29\ \%$$

- ✓ Séchage des échantillons pou déterminé la masse volumique
  - La masse de la matière premier (l'argile rouge) : m_1 = 93 g
  - La masse de l'argile avec l'eau distillé : m_2 = 117.63 g
  - Le volume d'eau est : V = 39 ml
  - Le volume du cube est :V_{cube} = 66.8 cm^3

Donc la masse volumique de l'argile blanche est égale :

$$\boldsymbol{\rho_1 = m_1 / V_{cub} \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots 18}$$

$$\rho = 1.76\ g/cm$$

Après le séchage :

- la masse du cube après le séchage est : m_3 = 97.78 g
- le volume du cube après le séchage est : V_{cube} =44 g

$$\text{donc : } \rho_2 = m_3 / V_{cube} = 2.22\ g/\ cm^3$$

3-Indice de gonflement

Indice de gonflement de l'argile blanche est égale 0.40 %

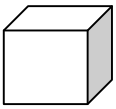
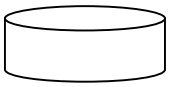
$$\mathbf{Ig = [(50.089 - 50) / (50 - 30.29)] \times 100\ \% .....19}$$

$$Ig = 0.40\ \%$$

4-Recuit des échantillons

Les résultats des différentes pièces (un cube et un cylindre), sont disposées dans un four à une température de 920°C pendant environ 8 heures, Voir le tableau 27.

Tableau 27 : Résultats de recuisions des échantillons de l'argile blanche

	
m_1 = 357.81 g ↓ m_2 = 226.30 g	m_1 = 110.86 g ↓ m_2 =64.89 g

5 -l'analyse de microscope optique de l'argile blanche

Plus que la surface de l'argile est bosselée plus que l'adsorption augmente et la surface d'échange sera importante.

La figure 50, représente une prise de vue de l'argile blanche et elle indique sa structure métallographique



Figure 50 : photographie de structure de l'argile rouge obtenue par une observation métallographique X1000

6 -Mesure du PH

a-Expérience 1 :

Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau 28 et 29 , elle sont aussi représentés graphiquement par la courbe granulométriques cumulatives données dans la figure 51.

Tableau 28 : Résultats de mesure de pH des matériaux avec l'eau distillée

V ml	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
pH	6.89	6.2	5.8	2.24	2	1.9	1.61	1.53	1.3	1.3	1.29

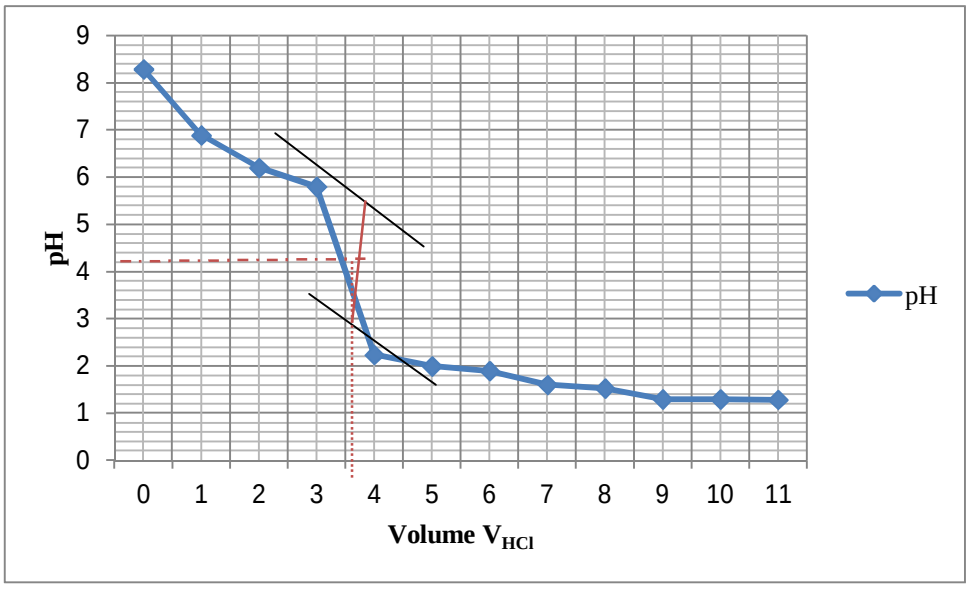


Figure 51 : la courbe représente la variation du pH on fonction HCl du

Au point d'équilibre

- Le pH de la solution est : $pH_{eq} = 4$
- Le volume du HCl est : $V_{HCl(eq)} = 3$ ml

b-Expérience 2 :

Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau 30 et 31**,** elle sont aussi représentés graphiquement par la courbe granulométriques cumulatives données dans la figure 52**.**

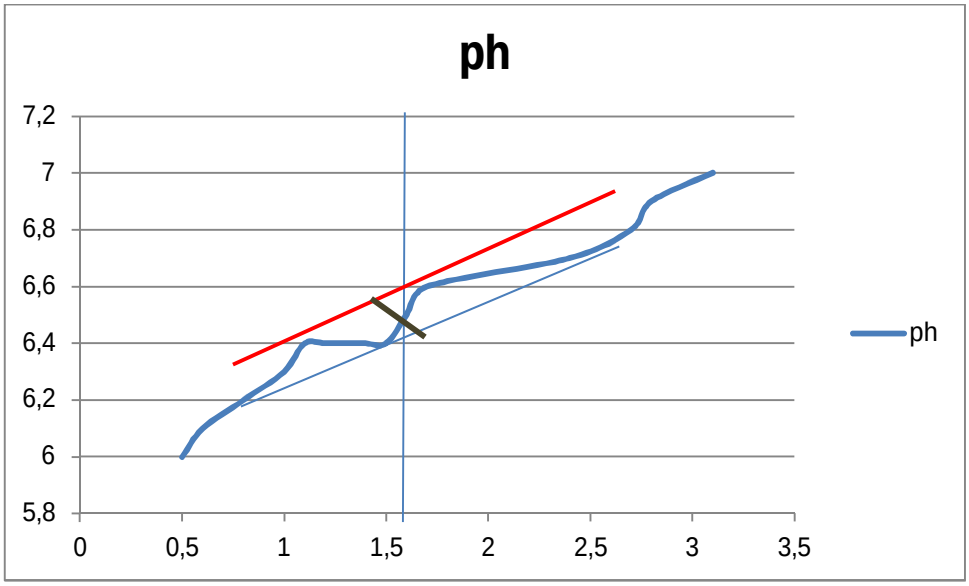


Figure 52 : résultats de la neutralisation solution par NaoH

Tableau 30: Résultats de mesure de pH des matériaux (l'argile blanche) avec l'eau distillée

La masse(g)	1	2	3	5	6	8	10
PH	6.1	6.2	6.3	6.4	6.5	6.5	6.5
La masse(g)	12	14	16	18	20	25	
pH	6.5	6.7	6.8	6.9	7.83	7.1	

7-Caractérisation par Infrarouge

L'analyse par IR de l'échantillon de l'argile blanche purifié enregistré dans l'intervalle 4000 cm^{-1} - 400 cm^{-1}, les résultats regroupé dans les tableau 32et 33, et graphiquement dans les figures 53 et 54.

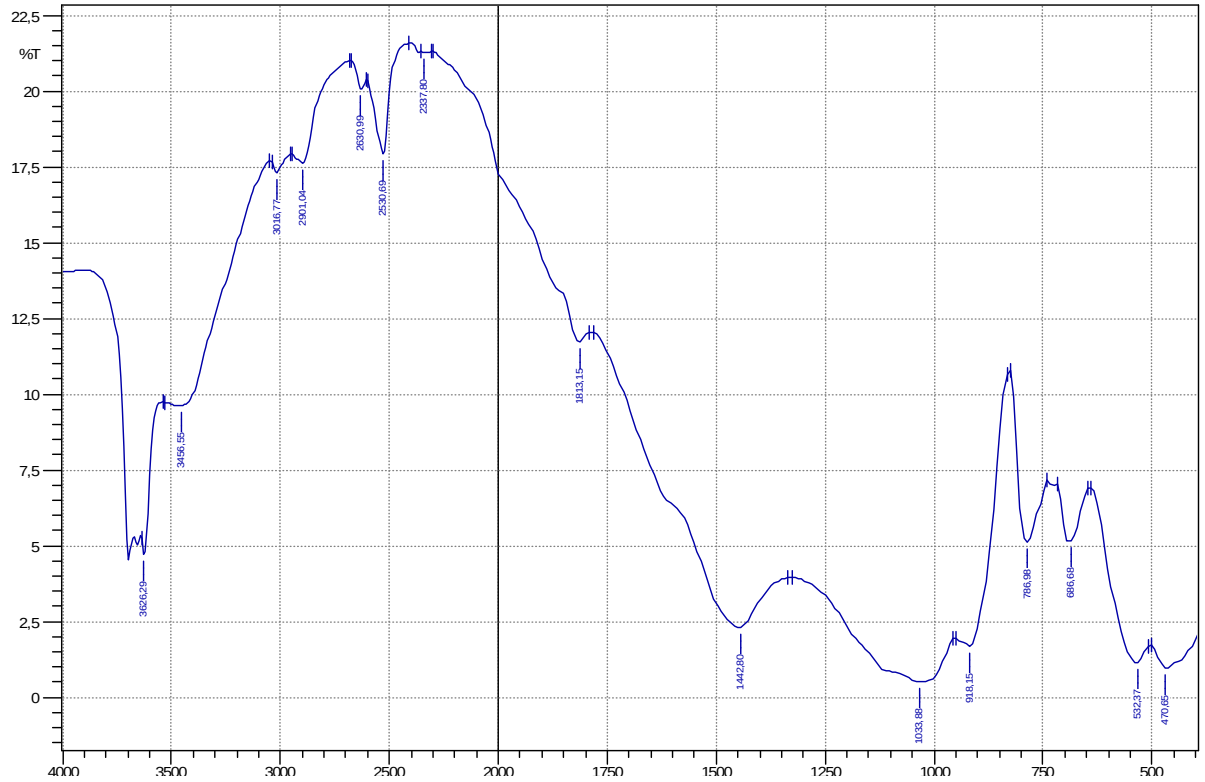


Figure 53 : Spectre infrarouge de l'argile rouge naturelle.

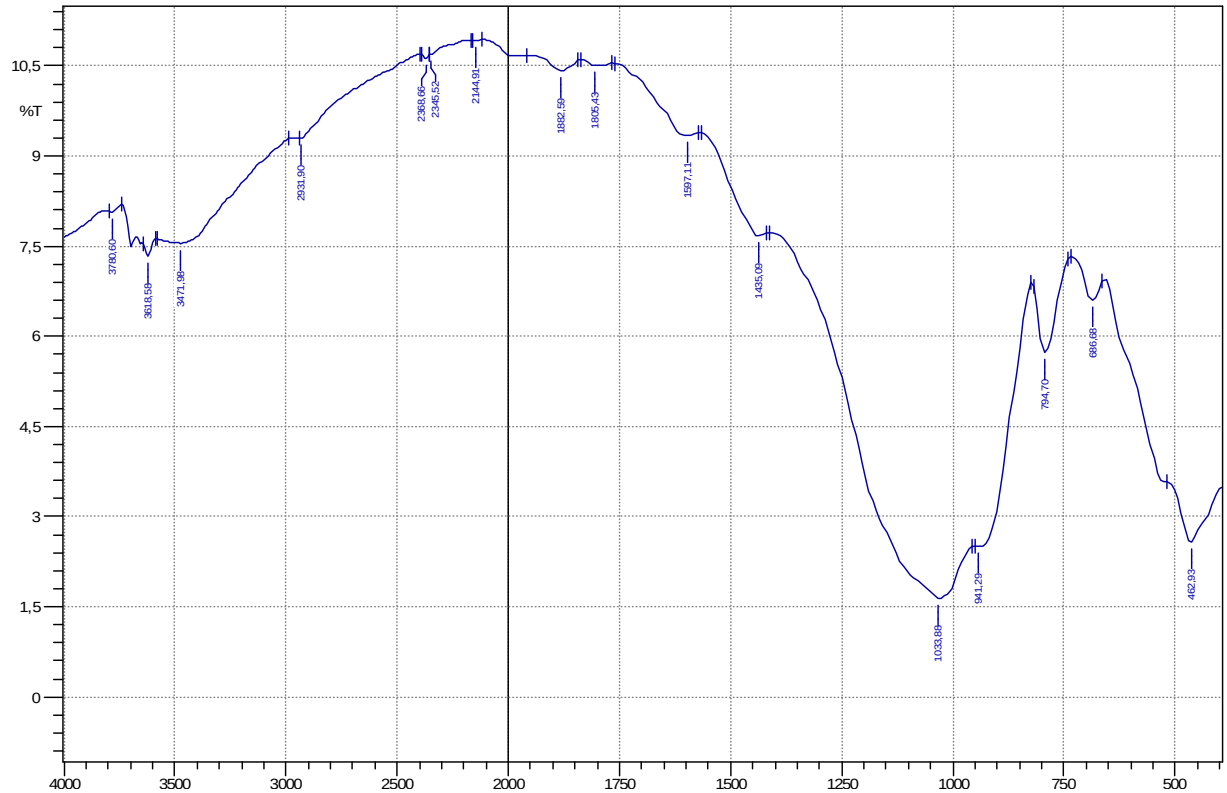


Figure 54 : Spectre infrarouge de l'argile rouge recuit

Tableau 31 : Attribution des bandes de vibrations des spectres IR de l'argile blanche (naturelle)

Nombre d'onde v(cm^{-1}brut)	Assignement de bande de l'argile rouge
3626.29	ν O-H interfeuillet
2016.77	C – H élongation asymétrique
786.98	Si – O du quartz
786.98	Al – OH
918.15	Si – O

Tableau 32: Attribution des bandes de vibrations des spectres IR de l'argile blanche (recuit)

Nombre d'onde v(cm^{-1}brut)	Assignement de bande de l'argile rouge
3618	O – H liaison libre
347.98	ν N – H liaison N-H des amide
1033.28	ν Si – O – Si
941.29	δ Al – O H – Al interne au feuillet

D'après ces résultats, les principaux constituants minéralogiques l'argile blanche sont : la silice et l'alumine: ces deux éléments constituent la structure des argiles ce qui montre la présence du sable dans ces argiles

8 -Influence de la variation de la masse des adsorbants (argile blanche) sur l'adsorption du bleu de méthylène :

Les résultats obtenus regroupé dans le tableau 33,et graphiquement dans la figure 55.

Tableau 33 : résultats du Influence de la variation de la masse de l'argile blanche sur l'adsorption de bleu méthylène

La masse (g)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
Do	0.480	0.365	0.312	0.280	0.232
C mg /l	5.8	4.35	3.6	3.4	2.45
C/Ci	0.72	0.54	0.45	0.42	0.3

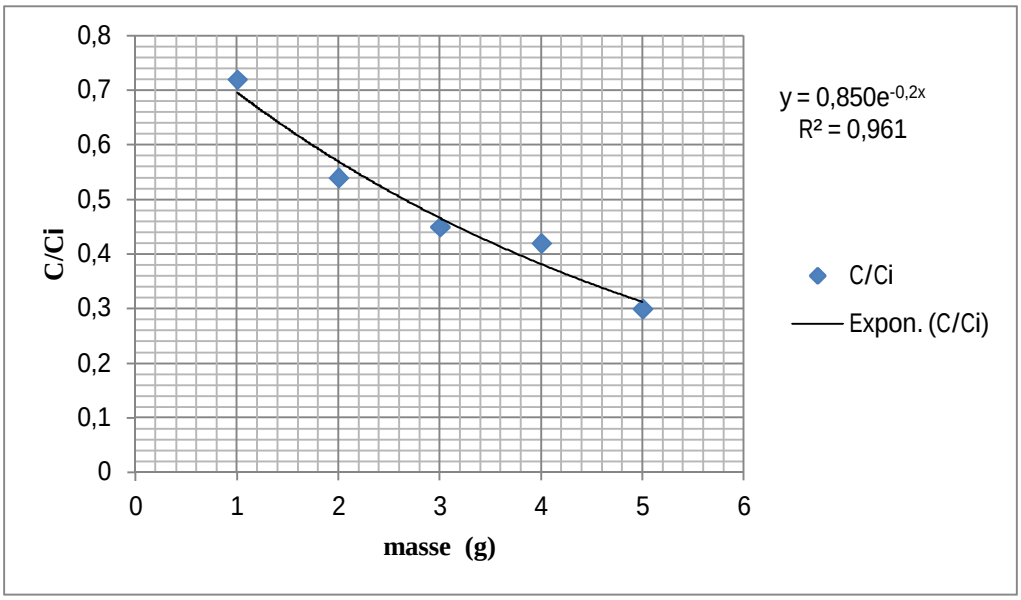


Figure 55 : Influence de la variation de la masse sur l'adsorption bleue méthylène.

On va trouvé le modèle expérimentale établi lors de cette étude :

$$\mathbf{y = 0.850\ e^{-0.2x} \ldots\ldots\ldots\ldots 20}$$

$R^2 = 0.961$

VI -La comparaison entre les deux résultats de l'argile rouge et blanche

Les deux types d'argiles sont des roches poly dispersées c'est-à-dire leurs particules ont des Démentions diverses. L'analyse granulométrique a été effectuée pour déterminer la dimension et les pourcentages pondéraux respectifs des déférentes familles constituants les échantillons. On constate que les fractions argileuses major caractérisées par un diamètre supérieur à 0.16μm constituent approximativement 20%

de deux échantillons (l'argile rouge et blanche).le meilleure diamètre des grains pour les deux types d'argile c'est 0.315 μm, avec 30.08% pour l'argile rouge et 35.08% pour l'argile blanche .

La capacité de rétention en eau est égale à 3.09% pour l'argile rouge et 4.82% pour l'argile blanche. Nous observons que les taux d'humidité **n** sont pas très importants, cette eau correspondant à l'eau libre d'hydratation qui s'évapore à partir de 100 °C. Et pour les deux cube la capacité de rétention en eau est égale à 26 % pour l'argile rouge et 30.29% pour l'argile blanche. Donc, la présence d'eau dans la substance de l'argile blanche est plus grande que sa présence à l'argile rouge . Ainsi, nous concluons que les deux contiennent de l'eau et la durée de séchage de l'argile blanche de l'eau et plus longe par rapport à l'argile rouge.

-Au même condition indice de gonflement de L'argile rouge est 0.41%, et pour L'argile blanche 0.40%. Nous concluons que il y à un gonflement des grains dans les deux type d'argile (l'argile rouge et l'argile blanche)

- Le pH des solutions (l'eau distillée avec l'argile), de 10% d'argile **m/v,** est 8.28 pour l'argile rouge et 8.29 pour l'argile blanche. Nous concluons que les deux solution sont des solutions basiques.

-les figure 45, 46 ,53 et 54 (chapitre III) représentent les spectres IR de notre échantillon argileux entre 400 et 4000 cm^{-1}. On voit que, dans ce domaine que le nombre d'onde, les bandes de vibration caractéristiques des argiles sont séparées en deux groupes :

- ✓ le premier groupe correspond aux bandes de vibration d'élongation des hydroxyles entre 3750 et 3400 cm^{-1}
- ✓ le second groupe de vibration correspond aux bandes de vibration du réseau entre 1300 et 400 cm^{-1} (mode d'élongation entre 1300 et 1000 cm^{-1}et modes de déformation entre 800 et 400cm^{-1}), et aux vibrations de déformations des hydroxyles qui se situent entre 950 et 900 cm^{-1}

- Etude d'adsorption du bleu de méthylène sur l'argile rouge et blanche montre qu'une augmentation de la masse de 1 à 5 g permet d'augmenter l'adsorption de bleu de méthylène**,** mais au delà de cette valeur l'influence de la masse devient quasiment constante.

Conclusion générale :

Cette étude a pour objectif principal l'exploitation de l'argile naturelle rouge et blanche importées successivement du Portugal et de l'Espagne. Les résultats obtenus lors de la caractérisation de nos échantillons, la connaissance de la structure des argiles qui ont servies à cette étude, la morphologie et la composition chimique et quelques propriétés physico-chimiques de matériau et son application dans l'adsorption des couleurs et plus particulièrement le bleu de méthylène nous ont conduits à conclure les points suivants :

- ✓ L'argile rouge et blanche, également appelée terre glaise est utilisée pour la fabrication des ouvrages de poteries ;

- ✓ D'après les analyses chimiques, la composition des deux échantillons montrent que les constituants prédominants sont : la silice et l'alumine ;

- ✓ Cette substance pâteuse se rencontre dans la nature en dépôts considérables à la surface de terre. L'argile se transforme à la chaleur, devient dure et change de couleur ;

- ✓ Les résultats des expériences d'adsorption montrent que l'argile rouge représente la meilleure capacité de rétention des couleurs par rapport à l'argile blanche. Aussi, l'argile rouge adsorbe le bleu de méthylène moins que l'argile blanche. En revanche, les résultats expérimentaux nous ont aidés à établir une loi analytique expérimentale.

Tableau IV 20 : la concentration de défirent solutions l'argile(rouge)

m	1	2	3	5	6	8	10	12	14	16	18	20	25	30	35
v	0.6	0.7	0.8	1	1.1	1.2	1.3	1.5	1.8	2.3	2.5	2.7	3.2	3.5	3.8
C*10-3	5.6	6.5	7.4	9	9.9	10.7	11.8	13.04	15.2	18.6	20	21.2	24.2	25.97	27.53

Tableau IV 29 :la concentration de défirent solutions l'argile (blanche)

m	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**	**10**	**12**	**14**	**16**	**18**	**20**
V ml	**0.5**	**0.6**	**0.8**	**1**	**1.1**	**1.2**	**1.3**	**1.4**	**1.5**	**1.7**	**2**	**2.4**	**2.7**	**2.8**	**3.1**
C*10 ^-3	**4.7**	**5.6**	**7.4**	**9.09**	**9.90**	**10.71**	**11.5**	**12.28**	**13.04**	**14.52**	**16.6**	**19.35**	**21.25**	**21.8**	**23.6**

Tableau IV 34 : résultant des modèles expérimental

Argile	**Argile rouge**	**Argile blanche**
Equation linéaire et coefficient de Corrélation	$y = 0.047 x + 0.559$ $R^2 = 0.995$	/
Equation exponentielle et coefficient de Corrélation	/	$y = 0.850\ e^{-0.2x}$ $R^2 = 0.961$

Références bibliographiques :

[1] : S. CAILLERE , S. HENIN « Minéralogie des argiles, Masson et ciel »[1963].

[2] : G. M. HERNANDEZ, «Thèse de doctorat : Etude Expérimentale de sorption d'eau et du gonflement des argiles par Microscopie à Balayage Environnementale(ESEM) Et l'analyse digitale d'images. P17 » [2002]

[3] : in troduction Meriam El Ouahabi « VALORISATION INDUSTRIELLE ET ARTISANALE DES ARGILES DU MAROC », Thèse présentée a l'Université de Liège « Ecole doctorale du Departement de Geologie »,p1/202 , [2013]

[4] : A. Loupy, A. Haucrechy, « Effets de milieu en synthèse organique », « Sciences de l'ingénieur, Masson, Paris » [1996].

[5] : K. Tanabe, **«**Solid Acids Bases, Their catalytic properties**»**, « Academic Press, New York » [1970].

[6] : D.H. Solomon, M.J. Rosser, « Jour. Of Appl. Polym. Sci., 9, p 1261 » [1965].

[7] : D. Njopwouod, G. Roques et R. Wandji, « Revue de l'industrie minérale, 311-316 » [1987].

[8] : M. Belbachir, A. Bensaoula, « U.S.Patent N° 6, 274, 527 B1 » [2001].

[9] : H. Bouktah , «Etude comparative d'adsorption du plomb sur différents adsorbant », « mémoire de magister en chimie de l'université de Skikda-Algérie.[2008]

[10] : F. Belaib **«** Etude expérimentale de l'effet de la l'enrobage de supports solides par des polymères conducteurs sur leur capacité de rétention des cations métalliques en solution aqueuse par adsorption », « Thèse de doctorat de l'université de Constantine-Algérie » [2006]

[11] :S. Koulouchi « Etude expérimentale des mélanges sable-bentonite leur performance comme barrières de confinement dans CET », « Thèse de doctorat de l'université Mentouri de Constantine-Algérie » [2007]

[12] : D. Grunberger, « Etude expérimentale de l'évolution des microstructures et des propriétés physiques et mécaniques des argiles au cours de la compaction », Thèse Université de Montpellier II, Sciences et Techniques du Languedoc, [1995].

[13] : J . GAOMBALET **«** Le gonflement des argiles et ses effets sur les ouvrages

souterrains de stockage .Ecole polytechnique. P.30, » [2004].

[14] : F. HUBERT. « Modélisation des diffractogrammes de minéraux argileux en assemblages complexes dans deux sols climat tempère. Implications minéralogique et pédologique. Université de POITIERS. P.35 »[2008]

[15] : P.F. Luckham, S. Rossi, « Adv.Colloid Interface Sci. **82,** 43-92 » [1999].

[16] : MRAD Mohamad. « Modélisation de comportement hydromécanique des sols gonflants non saturés. Institut national polytechnique de LORRAINE. P .6, » [2005].

[17] : ROTENBERG Benjamin. « Modélisation multi-échelles du comportement de l'eau et des ions dans l'argile. Université pierre et marie curie PARIS .P .9 » [2007].

[18] : BOUDCHICHA Mohamed Réda**. «** Etude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de kaolin-dolomite ».
« Université El-Hadj Lakhder –BATNA .P .3-4-5-8-9-10-12-13-14 » [2010]**.**

[19] : L . MEKKI. « Méthodologie d'étude et techniques d'identification des paramètres
de comportement des sols fins soumis à des cycles de sécheresse prolongée » (application aux argiles expansives de m'sila) . « Université Mohamed Boudiaf M'SILA .
P .6-7-10 » ,[2006].

[20] : GAUTIER Mathieu. . « Interactions entre argile ammoniée et molécules organiques dans le contexte du stockage des déchets. Cas de molécules à courtes chaînes ». « Université D'ORLEANS . P .24 »[2008].

[21] : LEBRE Cédric**. «** Elaboration et caractérisation de talcs synthétiques pour l'amélioration des propriétés physiques des matériaux composites industriels (Revêtements de surface, plastique, peintures, …) incorporant du talc comme charge minérale ». « Université de TOULOUSE III .P 23 »[2007]

[22] : S. Caillere, S. Henin, M. Rautreau, « Minéralogie des argiles (Tome1), Ed, Masson, Pris »[1982].

[23] :Brian GREGOIRE, « Relation Composition Structure des Hydroxydes Doubles Lamellaires : Effets de la charge du feuillet et de la nature de l'anion interfoliaire, p:23. »[2012]

[24] :CHICHOUCHE Hamina Makhloufi . « Influence de l'ajout pouzzolanique (argile cuite)
sur les caractéristiques physico-chimique des ciments ». « Université de Mohamed Boudiaf de M'SILA. P. 14 -16-17-18 » [2006]

[25] : Y . BERREDJEM Yamina. Caractérisation de kaolin hydrothermale et essais à l'adsorption des phénols en milieu aqueux. Université Badji Mokhtar d'ANNABA. P.11-12 **»**[2001]

[26] : S. DROUIN Sylvain. « Rôle des argiles dans la préservation et la fossilisation de la matière Organique pétroligène ». « Université D'ORLEANS**.** P .24-25-26 »[2007].

[27] : N. BOUZIANE « Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre ».
« Université Mentouri de CONSTANTINE. P .3-13-20-24-73 »[2007].

[28] :N. Fagel « Cours Géologie des argiles », « Département Géologie, Université de
Liège. Belgique ».[2005]

[29] : A . Hafsi « Théorie de la double couche et gonflement des argiles non Saturées ». « Euromech colloquium N°209 : Mechanics of swelling, Rhodos , Greece, August 23-27. » [1993].

[30]. Technique de l'ingénieur**, Construction** C2. [C301 (1-20), C 208 (1-15)].[1996]

[31] :M.K. Gueddouda « Stabilisation des argiles gonflants par ajout du sable de dune, cas : région de Laghouat ». « Mémoire de magistère .U.S.T.Oran, soutenue Juin 2004.136p ».[2004]

[32] : R. Gras « Physique des sols pour l'aménagement ». « Edition Masson. Paris. »[1988].

[33] : A . Djedid , A. Bekkouche , et Aissa Mamoune**,** « Identification et prévision du gonflement de quelques sols de la région de Tlemcen (Algérie) »Bulletin .LCPC, N° 233, Réf 4375, Juillet – Août 2001, pp. 67-75, Paris, France. [2001]

[34] : J.J Fripiat, A.N. Jelli, G. Poncelet and J. andre ; « Journal. Phys.Chem, 69, 218 » [1965].

[35] :D.H. Solomon, J.D. Swift and A.J Murphy; « Journal. Macrond.Sci.Chem, A5 , 587 » [1971]

[36] : A.M. Caine, Phd Thesis, « Lancashire Polytechnic » [1990].

[37] :M.M. Mortland and K.V. Raman; « Clay and Clay Miner, 16, 393 » [1968].

[38] :M.M. Mortland, Trans.9th Int, « Congr.Soil.Sci, 691 » [1968].

[39] :M. Freukel, « Clay and clay Miner, 22, 435 » [1974].

[40] : J .J Fripiat , Cruz. M.I- Crumplido ; « Ann, Rev. Earth.Planet.Sci , 2 , 239 » [1968]

[41] : Kh .MELLE TIZAOUI « Elimination des metaux lourds en solution aqueuse par des argiles algeriennes. [2013]

[42] : H. Bouktah «Etude comparative d'adsorption du plomb sur différents adsorbant », « mémoire de magister en chimie de l'université de Skikda-Algérie. [2008]

[43] : M. Ferhat « Co-adsorption des métaux lourds sur la bentonite modifiée en présence des floculants minéral et biologique», « mémoire de magister en Chimie de l'université de Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou –Algérie ». [2012]

[44] : S. Kadouche S. «Utilisation des biomatériaux dans le traitement des eaux», « Thèse de doctorat de l'université deMouloud Mammeri Tizi-Ouzou -Algérie. [2013]

[45] : N. Khaldoun.(2011).« Effet de la rotation des contaminantes sur le comportement des sols argileux » « Ecole nationale des pont et chaussées [2011].

[46] : CH. Abdellaoui. « Etudes des phénomènes d'adsorption et de diffusion des métaux lourds dans les sols argileux- application aux sites de charges », « mémoire de magister en génie civil de l'université de Tlemcen-Algérie [2007]

[47] : « Géotechnique. Essais de reconnaissance des sols. Bulletin de l'Association Française de Normalisation » [1999]

[48] : A . Horn, « Spectroscopie for surface science. Edition John Wiley, New York ».[1998]

[49] :A. Lecloux « Catalysis science and technology.Edition Springer-Verlag, Berliné » [1981]

[50] : J.M. Cases , F. Villiéras, L.Michot « Les phénomènes d'adsorption, d'échange ou de rétention à l'interface solide–solution aqueuse : Connaissance des propriétés

structurales, texturales et superficielles des solides. Geochemistry, 331, 763–773. » [2000]

[51] :F. Bouazza , « Elimination des polluants organiques par des argiles naturelles et modifiées», « Mémoire de Magister de l'université de Tlemcen-Algérie » .[2012]

[52]: [https://fr.wikipedia.org, [08/02/2018]]

[53] : http:///googlebight.com, le [16/03/2018]

[54] Dr .Catherine Leclerc, Université Paul Sabatier, 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse CEDEX 09)

[55] : Travaux pratiques de chimie analytique Pharmacie 1ere année, le [2002-2003]

[56] : [https://encryted-tbn0.com , le 7/04/2018]

[57] : [HTTPS://www.jeuin.fr produit chimiques], le 7/04/2018

[58] : www.lapagedupoissonrouge.net/lexique. net lexique, le 7/04/2018

[59] : [https://fr. m.wikipedia.org/wiki%C3%89tuve_de_laboratoir, le 23/03/2018]

[60] : [htt://fr.m.wikipedia org/wiki/spectroscopie_infrarouge], le 24/03/2018]

[61] :[https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Four=cite_note-1] le 3/4/2018

[62] :[https://fr.wikipedia.org/wiki/Granulom%C3%A9trie] le 4/04/2018

[63] :[https://fr.wikipedia.org/wiki/Centrifugeuse] le 4/04/2018

Introduction générale

Chapitre I : étude bibliographique

Chapitre II : méthodes et moyens expérimentaux utilisés

Chapitre III : techniques expérimentales

Chapitre IV : résultats et discussions

Conclusion générale