

Chapitre II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET MATERIAUX

A-TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I. Caractérisation des matériaux étudiés

I.1. Analyse chimique quantitative (ICP)

L'analyse chimique quantitative des argiles a été réalisée par *spectroscopie d'émission en torche à plasma (ICP)*. L'appareil utilisé est de type *IRIS Thermo-Opteck*. L'échantillon liquide est nébulisé et séché en aérosols solides, à l'aide d'un nébuliseur, sous un flux d'argon qui le transporte directement au cœur de la torche à plasma de telle sorte que les éléments présents y soient atomisés.

L'appareil est équipée d'un spectromètre UV-Visible qui mesure simultanément l'ensemble des photons émis aux différentes longueurs d'ondes par relaxation des éléments excités ou ionisés. Chaque longueur d'onde est caractéristique d'un élément donné et l'intensité d'émission est proportionnelle à la quantité de cet élément présent dans la flamme.

L'analyse chimique nécessite la mise en solution de la poudre argileuse. Les échantillon sont attaqués par un mélange d'acides (HF - H₂SO₄) dans des creusets en téflon. L'ensemble est introduit dans un four à micro ondes à température et à pression contrôlées (P=20 bar, T=200°C). Après dissolution complète, la solution est neutralisée par une solution de H₃BO₃.

I.2. Analyse minéralogique (DRX)

L'analyse minéralogique d'une matière première permet d'identifier les espèces minérales (ou composés chimiques) qui la constituent. L'analyse des minéraux argileux a été

faite par diffraction des rayons X (DRX). L'identification des phases a été réalisée à l'aide des fichiers ASTM.

I.2.1. Appareillage

L'analyse minéralogique par diffraction des rayons X a été effectuée sur un diffractomètre à poudre *Siemens D500* à anticathode de nickel ($\lambda_{K\alpha} = 1,5406 \text{ \AA}$), couplé à un micro-ordinateur qui permet un pilotage automatique de la rotation du goniomètre ainsi que l'acquisition et le traitement des données. La puissance utilisée est de 30KV et l'intensité est de 20mA.

I.2.2. Techniques d'analyse

Les spectres sont réalisés soit sur poudre, soit sur lame orientée dans le cas particulier de l'analyse de phases minérales argileuses ($\phi < 2\mu\text{m}$). Dans le premier cas, la réflexion permet d'accéder, en l'absence de toute orientation préférentielle, à toutes les raies (hkl). Dans le second cas, la poudre est compactée sur une surface plane, les plaquettes des minéraux argileux se déposent parallèlement à cette surface (perpendiculaire à l'axe structural c). Ainsi, un diffractogramme effectué sur une lame orientée ne montrera que les raies (00l) correspondants aux plans structuraux perpendiculaires à l'axe c [1,2].

La technique des lames orientées a été réalisée sur la fraction inférieure à $2 \mu\text{m}$; elle nécessite la séparation de la phase minérale argileuse. Ceci consiste à introduire 10 g d'argiles dans une éprouvette contenant 1 litre d'eau distillée. Après une décantation de l'ensemble pendant 16 heures, on siphonne la suspension contenue dans les 10 cm supérieurs de l'éprouvette. Quelques gouttes de cette suspension sont ensuite étalées sur une lame de verre. Cette dernière est séchée à l'air pendant 24 heures.

I.3. Analyses thermiques

Une substance soumise à un traitement thermique peut subir des modifications de ses propriétés physico-chimiques, par exemple un changement de phase, une modification de structure, une décomposition, une variation de volume, etc.... [1]

L'analyse thermique permet d'observer ces modifications en fonction de la température. Parmi les techniques mises en œuvre, on peut citer l'analyse thermique différentielle (ATD), l'analyse thermogravimétrique (ATG) et l'analyse dilatométrique.

I.3.1. Analyse thermique différentielle (ATD)

La méthode consiste à mesurer la différence de température ΔT entre l'échantillon à étudier et un échantillon de référence, inerte, tous deux soumis à une même loi d'échauffement. Cette différence est liée à la quantité de chaleur dégagée ou absorbée par le matériau étudié. On enregistre ainsi ΔT en fonction de la température. Ceci permet de déceler des pics de transformations endothermiques et exothermiques.

L'appareil utilisé est de type *Linseis L62 ATD*. Il permet de travailler dans un domaine de température allant de 25°C à 1250 °C. La vitesse de chauffe que nous avons adopté est de 10°C/mn. L'échantillon de référence étant l'alumine.

I.3.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

Le principe consiste à suivre en continu la variation de la masse d'un échantillon en fonction de la température. L'appareil utilisé est de type *Rigaku Thermoflex*. L'échantillon, placé dans une nacelle en alumine suspendue au fléau d'une balance, se trouve dans une enceinte à température contrôlée. L'équilibre de la balance est assuré par un système de compensation électromagnétique. La variation de la masse, donnée par le système de rééquilibrage, est enregistrée en fonction de la montée en température.

I.3.3. Analyse dilatométrique

L'analyse dilatométrique des argiles fournit des indications précieuses sur leur comportement à la cuisson. Elle permet notamment de mettre en évidence les variations volumiques (dilatation–retrait) en fonction de la température [1].

Les mesures dilatométriques ont été réalisées sur un dilatomètre *Adamel type DI24*. L'appareil est équipé d'un four à résistance. Il permet d'effectuer des investigation dans une gamme de température allant de l'ambiante à 1400°C. La chaîne de mesure est constituée d'un poussoir en alumine maintenu en contact avec l'échantillon par un ressort, et d'un capteur de déplacement inductif, qui assure la mesure de la variation de la longueur au cours de l'essai.

I.4. Mesure de la surface spécifique (BET)

La méthode consiste à déterminer le volume d'azote liquide nécessaire pour former une mono-couche de molécule de ce gaz à la surface de l'échantillon. Le principe est basé sur une théorie d'adsorption isotherme en multicouches de gaz qui a été développée par Braunauer Emmett et Teller en 1938 [1].

La mesure est réalisée avec un appareil de marque *Micrometrics* de type *Flow Sorb II 2300*. Avant chaque essai, les poudres subissent un dégazage à 200°C.

I.5. Mesure de la masse volumique

La mesure de la densité apparente des poudres étudiées a été réalisée par la détermination du volume d'une masse m de l'échantillon, étuvé à 110°C, par l'intermédiaire de la diffusion de l'hélium sous une pression de 19,5 bar à température ambiante. Les mesures sont effectuées sur un appareil de type *Micrometrics*.

I.6. Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique a été effectuée :

- Par tamisage pour la fraction brute,
- Par diffraction d'un faisceau laser sur une suspension de la poudre d'argile pour la fraction inférieure à 100 μm .

I.6.1. Analyse granulométrique de l'argile brute

Les mesures de distributions granulométriques sont réalisées par tamisage. Les argiles sont étuvées à 110°C pendant 24 heures et placées ensuite dans un vibreur de type *Fritsch* équipé de plusieurs tamis (160, 125, 100, 80, 63 et 40 μm). Le temps de la manipulation est estimé à 40 minutes. A la fin de l'essai, on pèse les rejets afin d'en déduire le pourcentage de rétention en masse pour chaque tamis.

I.6.2. Analyse granulométrique de la fraction inférieure à 100 μm

Les mesures sont réalisées sur la fraction retenue lors du tamisage de l'argile brute sur le tamis inférieur à 100 μm . Cette fraction est ensuite mise en suspension dans une solution

d'hexamétaphosphate de sodium de concentration 1g/l. La suspension ainsi obtenue est introduite dans un granulomètre de type *SediGraph (Micrometrics)*. Le diamètre des particules est déterminé en mesurant la vitesse de sédimentation V des particules en suspension. Il est donné par la loi de Stokes [1] :

$$D = KV^{1/2} \quad \text{avec } K = \sqrt{\frac{18 \cdot \eta}{(\rho - \rho_o) \cdot g}}$$

Où ; η est la viscosité du liquide dispersant, ρ la masses volumique du liquide, ρ_o la masse volumique des particules et g l'accélération de la pesanteur.

L'appareil détermine, au moyen d'un faisceau très fin de rayons X, la concentration des particules restantes en suspension à une hauteur de sédimentation variable. La distribution des pourcentages cumulés en poids est automatiquement délivrée par l'appareil pour les diamètres compris entre 0,1 et 100 μ m.

I.7. Observation par MEB

L'observation de la morphologie des plaquettes des argiles étudiées a été effectuée par microscopie électronique à balayage (MEB). L'appareil utilisé est un microscope de type *HITACHI S-2500*, fonctionnant sous une tension de 20kV. Avant observation, les échantillons (fraction argileuse) ont été mis en solution dans l'eau bidistillée. La séparation des agglomérats a été obtenue par agitation ultrasonore pendant 20 minutes. La suspension est ensuite déposée sur un support, séchée et métallisée par une couche (Au/Pd).

II. Caractérisation physico-chimique des barbotines

II.1. Préparation des barbotines

Avant de procéder à la préparation des barbotines, il a été nécessaire de réduire les matières premières en poudre plus ou moins fines. Les matériaux ont donc subi un concassage suivi d'un broyage sec et enfin un tamisage grossier.

La mise en suspension de ces matières premières consiste à introduire environ 100g de matières sèches dans une jarre contenant des billes en porcelaine, de 25 à 30 mm de diamètres, de l'eau bidistillée et le défloculant. La jarre est ensuite placée dans un broyeur

planétaire pendant 20 minutes. La barbotine ainsi obtenue est tamisée à 200 μ m. Elle est ensuite maintenue sous agitation pendant 20 heures avant d'être caractérisée.

II.2. Mesure de la conductivité

Les mesures de la conductivité se ramènent à la mesure de la résistance d'une portion de solution entre les électrodes de mesure.

Après la détermination de la constante de la cellule de mesure en utilisant une solution 0,01M de KCl, un convertisseur permet de lire la valeur de la conductivité spécifique exprimée en Siemens/cm.

II.3. Mesure de la dureté de l'eau

La dureté des eaux est proportionnelle à leur teneur en sels de calcium et de magnésium. Cette dureté est mesurée en degré hydrotimétrique. Elle est déterminée par complexométrie [4].

II.4. Dosage des chlorures

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent [4].

II.5. Dosage des phosphates

Les phosphates tels que le méta ou le tripolyphosphate sont transformés par hydrolyse, en milieu acide, en orthophosphates. En présence du molybdate d'ammonium et du vanadate d'ammonium, les orthophosphates donnent un complexe phosphovanada-molybdate de coloration jaune susceptible d'un dosage colorimétrique [5].

L'appareil utilisé lors de cette étude est de type *Perkin-Elmer Lambda 40*. La longueur d'onde choisie est égale à 460 nm. Pour chaque mesure, nous avons réalisé trois essais.

B- MATERIAUX ETUDIÉS

Les matières premières étudiées, d'origines diverses, nous ont été fournies par la société Union Cérame (Berrechid – Maroc). Elles sont utilisées pour l'élaboration de carreaux céramiques. Les différentes formulations étudiées sont composées d'argiles notées : (C3 et C4) et de matières d'addition notées : (C06, ID03, MD20, et MD17).

Le but de cette partie est la caractérisation physico-chimique de ces matériaux. La stabilité des barbotines céramiques est largement influencée par la nature des argiles. C'est pour cela qu'un intérêt particulier a essentiellement été accordé à la caractérisation des matières premières argileuses C3 et C4.

I. Caractérisation des argiles C3 et C4

I.1. Analyse chimique quantitative

Les résultats de l'analyse chimique quantitative des argiles C3 et C4 sont représentés dans le **tableau II.1**.

	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	TiO_2	<i>P.F.</i>
Argile C3	54,45	15,46	6,10	4,19	2,76	1,35	4,05	0,80	10,84
Argile C4	50,38	21,70	7,60	2,94	1,46	1,07	2,74	1,12	11,00

Tableau II.1. : Analyse chimique (en % massique) des argiles C3 et C4 (P.F. : perte au feu).

On remarque que :

- l'argile C3 présente un taux assez élevé en fondants alcalins, précisément en K_2O (4,05%) par rapport à l'argile C4 (2,74%). Ceci indique que cette argile (C3) est probablement plus riche en illite,

- la teneur en oxyde de fer assez élevée, explique en partie la coloration rouge pour l'argile C3 (6,10%) et marron pour l'argile C4 (7,60%),

- la teneur en CaO et MgO est très élevée pour l'argile C3 (6,95%). Pour l'argile C4, cette teneur est égal à 4,10%,

- la perte au feu est similaire pour les deux argiles (10,84% pour C3 et 11,00% pour C4). Cette perte, correspondant à la perte de masse d'une poudre portée à 1000°C, est due à l'élimination de l'eau et des carbonates.

I.2. Analyse minéralogique

* Diffractomètre sur poudre

Les **figures II.1.** et **II.2.** représentent les diffractogrammes sur poudre des argiles C3 et C4. Le dépouillement de ces deux spectres nous a permis d'observer [2,7] :

- une prédominance du quartz (SiO_2) dans les deux argiles C3 et C4. En effet, la raie caractéristique du quartz ($3,34 \text{ \AA}$) est la plus intense dans les diffractogrammes de C3 et C4,

- la présence des raies de la dolomite de formule $\text{MgCa}(\text{CO}_3)_2$ ($2,88 \text{ \AA}$) et de la goéthite de formule $\text{FeO}(\text{OH})$ ($2,58 \text{ \AA}$) ont été également observées pour les deux argiles,

- la partie phylliteuse de l'argile C4 est constituée de la kaolinite ($7,13 \text{ \AA}$) et de l'illite ($10,00 \text{ \AA}$). L'argile C3 est essentiellement illitique.

Pour confirmer l'identification de ces phases argileuses, nous avons effectué l'analyse par DRX sur lames orientées pour la fraction argileuse de C3 et C4. Les résultats représentés sur les **figures II.3.** et **II.4.** montrent que :

- l'argile C3 est une illite bien cristallisée ($10,00 \text{ \AA}$),

- l'argile C4 est constituée d'un mélange de kaolinite bien cristallisée (raie fine $7,13 \text{ \AA}$) et d'illite mal cristallisée (pic large à $10,00 \text{ \AA}$).

De plus, nous avons observé, pour l'argile C4, une raie d'intensité plus faible 14 \AA caractéristique de la montmorillonite.

La confrontation des résultats de l'analyse chimique quantitative (**tableau II.1**) et de l'analyse minéralogique (**figures II.1.-II.4.**) des argiles C3 et C4, nous a permis d'estimer la quantité des phases minérales présentes dans ces deux argiles.

Le calcul quantitatif de ces phases a été réalisé sur la base de la composition des différentes espèces minérales constituant l'argile. Le **tableau II.2.** représente les espèces minérales identifiées ainsi que leur composition et leur masse molaire respectives [2].

<i>Espèce minérale</i>	<i>Composition</i>	<i>Masse molaire (g/mol)</i>
montmorillonite	$\text{Al}_2 (\text{Si}_2\text{O}_5)_2 (\text{OH})$	360,308
illite	$\text{K} (\text{Al Fe})_2\text{Al Si}_3 \text{O}_{10} (\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	445,182
kaolinite	$\text{Al}_2 (\text{Si}_2 \text{O}_5) (\text{OH})_4$	258,157
quartz	SiO_2	60,083
dolomite	$\text{Mg Ca} (\text{CO}_3)_2$	184,399
calcite	Ca CO_3	100,086
goethite	$\text{FeO}(\text{OH})$	97,859

Tableau II.2. : Espèces minérales utilisées pour le calcul des phases argileuses.

	<i>montmorillonite</i>	<i>illite</i>	<i>kaolinite</i>	<i>quartz</i>	<i>dolomie</i>	<i>calcite</i>
Argile C3	---	55	3	32	8	2
Argile C4	16	26	26	18	5	2

Tableau II.3. : Composition minéralogique potentielle des argiles C3 et C4.

Le **tableau II.3.** représente les résultats des calculs quantitatifs. Nous pouvons conclure que l'argile C3 est composée essentiellement de l'illite (55%) et du quartz (32%). Pour l'argile C4, nous avons noté la présence de la montmorillonite (16%), de l'illite mal cristallisée (large pic), de la kaolinite à quantité équivalentes (26%) ainsi que la présence du quartz (18%).

I.3. Analyses thermiques

I.3.1. Analyse thermique différentielle et gravimétrique (ATD / ATG)

Les **figures II.5.** et **II.6.** représentent l'analyse thermique (ATD / ATG) de l'argile C3 et C4 respectivement.

Pour l'argile C3 (**tableau II.4.**), nous avons observé 5 pics endothermiques. Le premier vers 56°C, correspond au départ de l'eau d'humidité et interfoliaire. Le second pic débutant à

400°C, est caractéristique de l'élimination de l'eau de constitution résultant de la libération des hydroxydes appartenant au réseau de l'illite. On a noté un faible crochet à 573°C qui met en évidence la présence du quartz. Enfin, les deux derniers pics correspondent à la décomposition des carbonates : la dolomite à 790 °C et la calcite à 880°C [1,7,8,9].

<i>Nature du pic</i>	<i>T(°C)</i>	<i>Perte de masse (%)</i>	<i>Observations</i>
Endo	56	1,8	Départ de l'eau d'humidité et interfoliaire.
Endo	400	3,3	Déshydratation de la phase illitique.
Endo	573		Transformation quartz α en quartz β .
Endo	790	5,9	Décomposition de la dolomite.
Endo	880		Décomposition de la calcite.

Tableau II.4. : Analyse thermique (ATD / ATG) de l'argile C3.

Pour l'argile C4 (**tableau II.5.**), nous avons détecté 4 pics endothermiques et un pic exothermique. Le premier vers 112°C est dû à l'élimination de l'eau d'humidité. Le second pic, d'intensité plus élevée, qui débute à 400°C peut être attribué à une déshydroxylation de la kaolinite. La décomposition de la dolomite est responsable du troisième et quatrième pics vers 675 et 755°C. Enfin, un pic exothermique à 994°C, est dû à un phénomène de cristallisation.

<i>Nature du pic</i>	<i>T(°C)</i>	<i>Perte de masse (%)</i>	<i>Observations</i>
Endo	112	3,0	Départ de l'eau d'humidité et interfoliaire.
Endo	553	3,3	Déshydroxylation de la kaolinite et de l'illite.
Endo	675		
Endo	755	2,5	Décomposition de la dolomite.
Exo	994	--	Phénomène de cristallisation.

Tableau II.5. : Analyse thermique (ATD / ATG) de l'argile C4.

I.3.2. Analyse dilatométrique

L'analyse dilatométrique des argiles C3 et C4 est représentée sur les **figures II.7. et II.8.** On remarque que l'allure globale des deux courbes est pratiquement la même. Pour les

deux argiles, on note une dilatation régulière jusqu'à 570°C due au départ de l'eau d'humidité et de l'eau de constitution. Vers 573°C, on observe une dilatation due à la transformation du quartz α en quartz β .

Entre 600 et 860°C, la courbe de dilatation de l'argile C3 (**figure II.7.**) présente un palier caractéristique de l'illite [1,7]. Pour l'argile C4 (**figure II.8.**), la courbe présente un retrait notable indiquant le début de transformation de phase vitreuse correspondant à un début de frittage.

Pour des températures supérieures à 900°C, on enregistre un retrait brutal caractéristique du début de frittage pour les deux argiles C3 et C4. Enfin lors du refroidissement, on observe également la transformation réversible du quartz $\beta \rightarrow \alpha$.

I.4. Mesure de la surface spécifique et de la masse volumique

Les valeurs de la surface spécifique mesurées par BET, et de la masse volumique des argiles C3 et C4 sont données dans le tableau suivant (**tableau II.6.**) :

	<i>Surface spécifique (m²/g)</i>	<i>Masse volumique (g/cm³)</i>
Argile C3	32,55	2,78
Argile C4	24,33	2,70

Tableau II.6. : Valeur des surfaces spécifiques et des masses volumiques pour C3 et C4.

On remarque que les valeurs de la surface spécifique pour les deux argiles C3 et C4 sont de même ordre de grandeur. Il est à noter que la mesure de la surface spécifique par la méthode BET ne permet pas de déterminer la surface externe de la particule argileuse. On remarque également que les valeurs de la masse volumique des deux argiles C3 et C4 sont pratiquement égales.

I.5. Analyse granulométrique

I.5.1. Analyse granulométrique de l'argile brute

La **figure II.9.** représente les répartitions granulométriques des argiles C3 et C4. La division en classes granulométriques de l'argile brute se fait à l'aide d'une colonne vibrante munie de tamis de différentes ouvertures (40 μ m à 250 μ m).

Nous remarquons que les deux argiles ont un caractère grossier. En effet, plus de 90% de grains ont une taille supérieure à 100 μ m. Nous avons également remarqué que la taille des grains supérieure à 250 μ m est nettement supérieure pour l'argile C4 (59,63%). Elle est de 25,25% pour l'argile C3. Enfin, nous avons noté que la fraction inférieure à 63 μ m est prédominante dans l'argile C3 (4,28%). L'argile C4 ne contient qu'1% de fraction fine.

I.5.2. Analyse granulométrique de la fraction inférieure à 100 μ m

Les résultats de l'analyse granulométrique de la fraction inférieure à 100 μ m sont représentés sur la **figure II.10.**

Nous remarquons qu'environ 90 % de grains ont une taille supérieure à 7 μ m pour les deux argiles. Le diamètre moyen de l'argile C3 ($\phi = 0,48\mu$ m) est plus faible que celui de l'argile C4 ($\phi = 1,48\mu$ m). La fraction fine (inférieure à 2 μ m) de l'argile C3 (72% de grains) est largement supérieure à celle de l'argile C4 (56% de grains).

I.6. Observation par MEB

L'observation de la morphologie et de la taille des plaquettes des argiles C3 et C4 a été effectuée par microscopie électronique à balayage (MEB). Les observations sont faites sur la fraction fine des deux argiles (**figures II.11.** et **II.12.**).

Nous remarquons que :

- les deux argiles sont composées essentiellement de plaquettes planes, de différentes tailles, orientées dans des directions aléatoires,
- pour l'argile C3, la taille des plaquettes est en moyenne plus faible que celle de l'argile C4. Ceci est en relation avec les résultats de la distribution granulométrique de la fraction fine pour les deux argiles (**figure II.10.**),

- l'argile C3 est composée de petites plaquettes (0,3 μm) de forme hexagonale. Celles-ci met en évidence la présence de l'illite [8].

II. Caractérisation des matières d'addition

Cette partie est consacrée à la caractérisation physico-chimique des matières premières non argileuses entrant dans la formulation des carreaux céramiques utilisés par la société Union Cérame.

II.1. Analyse chimique quantitative

Les résultats de l'analyse chimique quantitative de ces matières sont résumés dans le **tableau II.7.**

Nous avons remarqué que l'échantillon **C06** est composé essentiellement de carbonate de calcium (CaCO_3). Les matières **ID03** et **MD20** sont riches en SiO_2 et Al_2O_3 . Enfin, **MD17** est constituée principalement de la silice (SiO_2).

	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	TiO_2	<i>P.F.</i>
C06	2,40	0,28	--	53,99	0,15	--	--	--	42,02
ID03	68,00	16,50	0,66	0,74	--	3,60	3,14	0,03	2,87
MD20	68,70	22,5	0,19	0,19	--	0,16	3,27	0,16	4,04
MD17	92,60	3,27	0,75	0,92	--	--	0,96	0,27	2,27

Tableau II.7. : Analyse chimique quantitative (% massiques) des matières d'addition.

II.2. Analyse minéralogique (DRX)

Les diffractogrammes des différentes matières premières sont représentés sur les **figures II.13.-II.16.** Le dépouillement de ces spectres a confirmé que **C06** est une calcite et **MD17** est composée essentiellement de quartz (3,33 Å). L'échantillon **ID03** est constitué du feldspath orthose ($6\text{SiO}_2 \text{ Al}_2\text{O}_3 \text{ K}_2\text{O}$) et du feldspath albite ($6\text{SiO}_2 \text{ Al}_2\text{O}_3 \text{ Na}_2\text{O}$), alors que **MD20** est constitué de la pyrophyllite et du quartz. Le **tableau II.8.** représente la composition minéralogique potentielle des différentes matières premières.

	<i>pyrophyllite</i>	<i>Feldspath orthose</i>	<i>Feldspath albite</i>	<i>quartz</i>	<i>calcite</i>
C06	--	--	--	2	96
ID03	--	32	54	11	--
MD20	78	--	--	20	--
MD17	--	--	--	97	--

Tableau II.8. : Composition minéralogique potentielle des matières d'addition.

III. Dureté de l'eau de suspension

Les barbotines céramiques sont préparées en milieu aqueux. Dans cette étude, nous avons utilisé de l'eau de différentes provenances :

- l'eau du réseau de Casablanca (**ERC**),
- l'eau du réseau de Berrechid (**ERB**),
- l'eau de la nappe phréatique de la région de Berrechid, utilisée par l'unité industrielle (**EUC**),
- une eau bidistillée, prise comme référence (**ED**).

La caractérisation de ces eaux est résumée dans le **tableau II.9**.

	ED	ERC	ERB	EUC
Dureté	0	28	50	100
[Cl⁻] g/l	0,01	0,36	0,45	1,33
Conductivité (mS/cm)	0,03	1,05	1,15	2,18

Tableau II.9. : Caractérisation des différentes eaux utilisées dans la préparation des barbotines céramiques.

On remarque que l'eau de la nappe phréatique (**EUC**) est nettement plus dure (abondance des cations Ca^{2+} , Mg^{2+}). L'eau du réseau de Casa (**ERC**) et de Berrechid (**ERB**) présentent des valeurs moyennes concernant la dureté et la conductivité.

IV. Défloculants utilisés

Nous avons étudié l'effet de différents défloculants sur la stabilité des barbotines céramiques, en particulier, l'effet du tripolyphosphate de sodium ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}, 6 \text{ H}_2\text{O}$) noté '*TppNa*'. Ce défloculant est largement utilisé par Union Cérame. Nous avons également étudié l'effet du métasilicate de sodium ($\text{Na}_2\text{SiO}_3, 5 \text{ H}_2\text{O}$) noté '*MSi*', du trisilicate de sodium ($\text{Na}_3\text{Si}_3\text{O}_7, 3 \text{ H}_2\text{O}$) noté '*TSi*', du métaphosphate de sodium (NaPO_3) noté '*NaP*' et enfin celui du carbonate de sodium (Na_2CO_3) noté '*NaCO*'.

Le **tableau II.10.** présente les caractéristiques des principaux défloculants utilisés ainsi que leur provenance.

<i>Nom</i>	<i>Notation</i>	<i>Formule chimique</i>	<i>Origine</i>
Tripolyphosphate de sodium	TppNa	$\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10},6\text{H}_2\text{O}$	Rhone Poulenc
Méta silicate de sodium	MSi	$\text{Na}_2\text{SiO}_3,5\text{H}_2\text{O}$	Rhone Poulenc
Tri Silicate de sodium	TSi	$\text{Na}_3\text{Si}_3\text{O}_7,3\text{H}_2\text{O}$	Prolabo
Orthophosphate de sodium	NaP	NaPO_3	Prolabo
Carbonate de sodium	NaCO	Na_2CO_3	Prolabo

Tableau II.10. : Caractéristiques des défloculants utilisés.

Références bibliographiques

1. JOUENNE C. A.; *Traité de céramiques et matériaux minéraux* ; Ed. Septima, (1990)
2. BRINDLEY G.W., BROWN G.; *Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification* ; Mineralogical society Monograph n°5 (1980)
3. FRIPIAT J.J.; *Chimie physique des phénomènes de surfaces* ; Ed. Masson et Cie (1971)
4. RODIER J.; *L'analyse de l'eau* ; Ed. Dunod (1984)
5. TREMILLON B.; *Electrochimie analytique et réactions en solution* ; Ed. Masson, (1993)
6. CAILLIERE S., HENIN S.; *Minéralogie des argiles* ; Tome I et II, Ed. Masson (1982)
7. ZANZOUN H.; Thèse 3^{ème} cycle, Université Hassan II, Casablanca (1995)
8. TURKI F., Thèse Sci., Université Louis Pasteur, Strasbourg (1987)
9. HOUMBA P., Thèse Sci., Université Louis Pasteur, Strasbourg (1987)