



Université Abderrahmane Mira de Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et géologie

Memoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines
Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

M^r. CHENTOUF Hamza

M^{lle}. MAIZA Asma

Thème

**Proposition et élaboration d'une palette de couleurs
pour les kaolins commercialisables**

Soutenu le 29 / 06 /2016 devant le jury composé de :

Président : Mr MAZA Mustapha	Professeur	U.A.M.B
Promoteur: Mr AKDIM Abdelghani	MAA	U.A.M.B
Examineur: Mr AYADEN brahim	MAA	U.A.M.B

Année Universitaire : 2015-2016

Remerciements

Au terme de ce travail, nous remercions Dieu le tout puissant qui nous a donné la force et la volonté d'achever ce travail, nous lui rendons grâce.

En premier lieu, nous tenons à remercier cher professeur et promoteur **Mr AKDIM Abdelghani**, qui s'est toujours montré à l'écoute et disponible tout au long de la réalisation de ce mémoire, ainsi que pour son inspiration, l'aide et le temps qu'il a bien voulu nous consacrer et sans qui ce travail n'aurait pas pu être mené à bon port.

Nos sincère remerciements s'adressent également au président de juré **Mr MAZA Moustafa** ainsi qu'à **Mr AYADEN Brahim** de nous avoir fait le grand honneur d'accepter d'examiner ce modeste travail.

Nous ne pouvons qu'être infiniment reconnaissant envers nos parents pour leurs soutiens indescriptibles, leurs patiences, leurs confiances et leurs nombreux sacrifices. On leurs dédie avec plaisir ce travail. Qu'ils sachent qu'on est conscient de ce qu'on leur doit.

Un merci très respectueux à nos amis dont la présence nous a permis de mener à bien ce travail.

Finalement, il nous est particulièrement agréable d'exprimer ici notre reconnaissance envers tous ceux qui ont contribué de près ou de loin, à la réalisation ce travail scientifique.

Dédicaces

Je dédie cet humble travail ;

A mes parents, raison de mon bonheur, que Dieu les protège

*A tous mes frères, Yaâkoub, Mohammed, Abdelmoumine, Abdoullah ; source de mon
inspiration.*

A ma seule petite et unique sœur Soumia.

A mon défunt ami et frère Abdelhafid, puisse son âme repose en paix ;

A mes meilleurs copains Hakim, Oualid et Nounou,

Ma meilleure amie, Asma.

Ainsi qu'à tous mes amis.

Hamza

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail ;

A mes chers parents, source d'inspiration et mes professeurs de toujours ;

A mes frères que j'adore Adel, Badis, et Sifou ;

A ma petite soeur Sadjia ;

A mes copines Sarah, Asma ;

A mon meilleur ami Hamza ;

A tous mes amis (es) qui ont toujours crus en moi.

Asma

TABLE DE MATIERE

Table de matière	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale	

Chapitre I : Généralistes sur les argiles, les kaolins et leurs usages

Introduction	3
I.1. Définition et structure des argiles	3
I.1.1. Définition des argiles	3
I.1.2. Structure des argiles.....	5
I.1.2.1. Classification des argiles.....	5
I.2. Les kaolins.....	13
I.2.1. Définition.....	13
I.2.2 Composition chimique.....	15
I.2.3 Propriétés du kaolin.....	15
I.2.4. Structure de la kaolinite.....	15
I.2.5. Morphologie de la kaolinite.....	15
I.2.6. Développement thermique du kaolin.....	16
I.2.7. Origine des kaolins et minéraux associés	17
I.2.7.1. Kaolins primaire ou résiduel	17
I.2.7.2. Kaolins secondaire ou sédimentaire.....	19
I.2.7.3. Minéraux accessoires.....	19
I.2.8. Les caractéristiques recherchées dans le domaine industriel.....	21
I.2.9. Paramètre influençant sur la couleur	23
I.2.9.1 Présence des impuretés.....	23
I.3. L'usage du kaolin.....	23
Conclusion.....	27

Chapitre II : Présentation des différents kaolins utilisés

Introduction.....	28
II.1 Géologie et situation géographique des différents gisements de kaolins.....	28
II.1.1. Présentation du complexe de kaolin de Tamazert.....	28

II.1.1.1. Historique du gisement.....	28
II.1.1.2. Situation géographique.....	29
II.1.1.3. Formation du gisement	30
II.1.1.4. Géologie du gisement	30
II.1.1.5. Exploitation du gisement.....	32
II.1.1.6. Traitement Kaolins de Tamazert (KT2, KT 3, KT3B).....	33
II.1.2. Présentation du kaolin Remblend (RMD) et du kaolin (LPC).....	35
II.1.2.1. Kaolin Remblend (RMD).....	35
II.1.2.2. kaolin LPC.....	36
Conclusion.....	36

Chapitre III : Techniques expérimentales

Introduction.....	37
III.1. Séparation granulométrique d'un minerai brut.....	37
III.1.1. Analyse granulométrique du minerai brut.....	37
III.2. Analyse chimique par spectrométrie de fluorescence X « XRF »	39
III.3. Analyse minéralogique par la diffraction des rayons X (DRX).....	39
III.3.1. DRX et cristallinité des kaolinites.....	39
III.4. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	41
III.5. Analyse de la couleur par colorimétrie	41
III.5.1. Définition de la couleur	41
III.5.2. Les attributs de la couleur	42
III.5.3. Perception et mesure de la couleur	43
III.5.4. Instrumentation et méthodes de mesure	44
III.6. Méthodes expérimentales.....	45
III.6.1. Préparation de l'échantillon	45
III.6.2. Préparation des pastilles	46
III.6.3. Mode opératoire	46
III.6.3.1. La cuisson	46
III.6.3.2. Mesure de la couleur	47
III.7. Analyse par spectrophotométrie UV (dosage d'oxyde de fer)	47
III.7.1. Définition.....	48
III.7.2. Spectrophotomètre.....	48
III.7.3. Dosage d'oxyde de fer.....	48

III.7.3.1. Technique expérimentale.....	48
Conclusion.....	50

Chapitre IV : Interprétation et discussion des résultats

Introduction.....	51
IV.1. Analyse chimique.....	51
IV.2. Analyse minéralogique DRX.....	52
IV.3. Analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	55
IV.4. Discussion des résultats de l'analyse par spectrophotométrie UV (dosage d'oxyde de fer)	59
IV.5. Etude des propriétés colorimétriques des kaolins	61
IV.5.1. A l'état naturel	61
IV.5.2. Après cuisson.....	62
IV.6. Présentation de la palette de couleur par colorimétrie des différents kaolins	69
Conclusion.....	70

Conclusion générale

Référence bibliographiques

Mots clés

Annexe

LISTE DES ABREVIATIONS

Liste des abréviations

Å : Angström	H₂SO₄ : Acide sulfurique
Al³⁺ : Ion d'aluminium	KT2 : Kaolin de Tamazert 2
Al₂O₃ : Oxyde d'aluminium	KT3 : Kaolin de Tamazert 3
As : L'arsenic	KT3B : Kaolin de Tamazert 3 blanchie
AFNOR : Association Française De Normalisation	K₂O : Oxyde de potassium
C : Carbone	LPC : Kaolin Ceraclay
CaO : Oxyde de calcium	Li⁺ : Ion de lithium
Cu : Cuivre	MgAl₂O₄ : Spinnelle
CaCO₃ : Calcite	MoO₄²⁻ : Molybdates
CrO₄²⁻ : Chromates	Mg²⁺ : Ion de magnésium
CEC : Capacité d'échange cationique	MgO : Oxyde de magnésium
CNT : Kaolin du corps nord de Tamazert	NaCl : halite
DRX : Diffraction des rayons X	Na₂O : Oxyde de sodium
Fe³⁺ : Ion de fer	Na₂SO₃ : Dithionite de soude
Fe²⁺ : Ion de fer	NO₃⁻ : L'ion nitrate
FeS₂ : Pyrite	O : Couche d'octaèdre
FeOOH α : Goethite	OH⁻ : Hydroxyle
FeOOH γ : Lépidochrome	pH : potentiel Hydrogène
Fe₂O₃ α : L'hématite	P.A.F : Perte au feu
Fe₂O₃ : Magnémité	PO₄³⁻ : Phosphates
Fe₃O₄ : Magnétite	Pt : Platine
	PVC : Polychlorure de Vinyle

RMD : Kaolin Remblend

S : Soufre

SiO₄⁴⁻ : l'ion silicate

Si⁴⁺ : Ion de silicium

SiO₂ : Silice

SO₄²⁻ : Sulfates

T : Couche de tétraèdre

T : O : Tétraédrique- octaédrique

T : O : T : Tétraédrique- octaédrique-
Tétraédrique

T : O : T : O : Tétraédrique- octaédrique-
Tétraédrique- octaédrique

TiO₂ : Oxyde de titane

WO₄²⁻ : Tungstate

XFX : Fluorescence des rayons X

ZPC : Point de charge zéro

LISTE DES FIGURES

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 Structure générale des phyllosilicates.....	4
Figure I.2 Eléments structuraux d'un silicate a) modèle de base, b) agencement des tétraèdres, c) agencement des hexagones, d) et e) les octaèdres.....	5
Figure I.3 La classification et la structure des minéraux argileux.....	8
Figure I.4 La Forme des particules argileuses.....	10
Figure I.5 Types de phyllosilicates formés au cours de l'altération.....	13
Figure I.6 Structure type 1 :1, cas de la kaolinite.....	15
Figure I.7 (a) Morphologie d'une kaolinite très bien cristallisée et (b) représentation d'une plaquette de kaolinit.....	16
Figure I.8 Coupe schématique d'un gisement de kaolin primaire.....	18

Chapitre II

Figure II.1 Gisement de kaolin (Tamazert, NE Algérie) en cours d'exploitation (Carrière : corps central)	29
Figure II.2. Localisation du gisement de kaolin de Tamazert (El-Milia)	29
Figure.II.3. La laverie de l'unité de SOALKA EL MILIA, JIJEL (photo prise le : 16 Avril 2016)	34

Chapitre III

Figure III.1. Diffractogrammes des différentes argiles montrant l'évolution de la Cristallinité de la kaolinite.....	40
Figure III.2 Définition des paramètres A, B et At utilisés pour calculer l'indice de Hinckley D'une kaolinite.....	41
Figure III.3 Domaine du visible.....	42
Figure III.4 Représentation de l'espace colorimétrique CIE X Y Z 1931.....	43
Figure III.5 Représentation colorimétrique du système L*a*b.....	44
Figure III.6 Colorimètre pour mesurer la couleur dans le système L*a*b*.....	45
Figure III.7 Pastilles élaborée pour la cuisson.....	46
Figure III.8 Four à moufle Nabertherm modèle LE/2/11/R6.....	47
Figure III.9 Principe du spectrophotomètre UV-visible mono faisceau.....	48

Chapitre IV

Figure IV.1. Analyse diffraction X de kaolin CNT.....	53
Figure IV.2. Analyse diffraction X de kaolin KT2.....	53
Figure IV.3. Analyse diffraction X de kaolin KT3.....	53
Figure IV.4. Analyse diffraction X de kaolin KT3B.....	54
Figure IV.5. Analyse diffraction X de kaolin LPC.....	54
Figure IV.6. Analyse diffraction X de kaolin RMD.....	54
Figure IV.7. Spectre IR de kaolin CNT (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.....	55
Figure IV.8. Spectre IR de kaolin KT2 (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.....	56
Figure IV.9. Spectre IR de kaolin KT3 (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.	56
Figure IV.10. Spectre IR de kaolin KT3B (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.....	56
Figure IV.11. Spectre IR de kaolin LPC (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.....	57
Figure IV.12. Spectre IR de kaolin RMD (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.....	57

LISTE DES TABLEAUX

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1 Classification simplifiée des minéraux argileux.....	9
Tableau I.2 Caractéristiques des différentes familles d'argile.....	11
Tableau.I.3. Propriétés générale du kaolin.....	15
Tableau.I.4. Transformation du kaolin en fonction de la température de cuisson.....	17
Tableau I.5. Utilisations industrielles du kaolin (Bundy 1993 et Murray 1999.....	27

Chapitre II

Tableau II.1 Analyse chimique de kaolin LPC.....	36
---	----

Chapitre IV

Tableau IV.1 Compositions chimiques pondérale des différents kaolins.	51
Tableau IV.2 Les phases minéralogique décelées par diffraction X des différents kaolins.....	54
Tableau IV.3. Les Valeurs des pics (cm^{-1}) et groupements fonctionnels correspondants observés pour les différents kaolins avant la cuisson.....	58
Tableau IV.4. Valeurs des pics (cm^{-1}) et groupements fonctionnels correspondants observés pour les différents kaolins après la cuisson.....	59
Tableau VI.5. Représentation du paramètre CIE $L^*a^*b^*$ et de la couleur des différents kaolins avant la cuisson.....	60
Tableau VI.6. Représentation du paramètre CIE $L^*a^*b^*$ et de la couleur des différents kaolins après la cuisson.....	62
Tableau IV.7 présentation du paramètre CIE $L^*a^*b^*$ et de la couleur des différents kaolins cuits a ($700-1100^\circ\text{C}$) pendant 60 min.....	64
Tableau IV.8. Présentation du paramètre CIE $L^*a^*b^*$ et de la couleur des différents kaolins cuits a ($700-1100^\circ\text{C}$) pendant 60 min.....	69

INTRODUCTION GENERALE

Introduction Générale

Depuis l'antiquité, l'être humain avait considéré l'argile comme une matière première indissociable de la vie, en raison de ses diverses propriétés, sa très grande résistance aux conditions atmosphériques, sa pureté géochimique, ainsi que la facilité d'accès à ses gisements, d'où sa classification en tant que minérale ami de l'homme.

A l'heure actuelle, l'argile occupe une place privilégiée non seulement pour les sciences fondamentales, mais, aussi pour les sciences appliquées. La raison est, malgré la simplicité de sa composition en silicate d'alumine hydratée, à structure feuilletée, ou fibreuse, caractérisée par sa grande diversité en espèces, possède des propriétés exceptionnelles et incomparables.

En raison de ces propriétés spécifiques, notamment les kaolins, l'utilisation de ces matières est très vaste dans l'industrie. La qualité d'un kaolin dépend beaucoup des composés autres que la kaolinite, qu'il contient aussi que la nature et la concentration des impuretés. Les kaolins seront d'autant plus réfractaires qu'ils seront plus purs. De plus les impuretés rendent les matériaux unis, moins résistants à la corrosion chimique et aux brusques variations de température et influent négativement sur l'un de ses paramètres qui est la couleur.

Le coût élevé et l'impact environnemental des techniques actuellement utilisées pour éliminer ces impuretés, a fait maintenir certains efforts ciblé vers le développement de méthodes alternatives, telles que le traitement thermique qui consiste à l'élévation de la température de cuisson du matériau.

De ce fait notre mémoire dont le thème est basé sur le paramètre couleur et dont l'intitulé est « la proposition et l'élaboration d'une palette de couleur pour les kaolins commercialisables ».

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de certaines impuretés sur la caractéristique couleur de six différents kaolins cuits à différentes températures pendant un temps donnée. Le but visé est la conception d'une gamme de couleur qui pourra servir dans l'avenir la commercialisation des kaolins dans diverse industries tel que la céramique comme titre d'exemple.

Avant toute chose nous avons définis ; les argiles ainsi que les minéraux argileux en générales et les kaolins en particulier. Un aperçu bibliographique sur la définition des argiles, des rappels sur leurs structures, leurs classifications, et certain de leurs applications sont réunis dans le premier chapitre.

Le deuxième chapitre qui est consacré à la présentation des différents kaolins utilisé lors de cette étude dont quatre ayant la même origine qui est le gisement de Tamazert (El-Milia) de

la wilaya de Jijel et deux d'origine étranger. Le faite de diversifier les produits durant cette étude est lié à leurs compositions minéralogique et la teneur de certains éléments qui peuvent être présentés autant qu'impuretés et qui ont une grande influence sur le paramètre d'étude qui est la couleur.

Par la suite nous nous focaliserons sur la caractéristique couleur du kaolin par sa définition et des problèmes liées à ce paramètre.

En ce qui concerne le troisième chapitre ou nous présenterons les différentes techniques d'analyse et de caractérisation que nous avons utilisées au cours de notre travail. L'objectif de ce chapitre est donc de présenter l'ensemble de ces techniques expérimentales utilisées.

Et enfin le dernier chapitre ou nous présenterons tous les résultats de l'expérience menée lors de cette étude ainsi que leur interprétation.

CHAPITRE I :
GENERALITES SUR
LES ARGILES, LES
KAOLINS ET LEURS
USAGES

Chapitre I : Généralités sur les argiles, les kaolins et leurs usages

Introduction

Dans ce premier chapitre nous entamerons une définition générale sur les argiles et plus particulièrement sur les kaolins comme matière argileuse.

Une description sera alors établie afin de mieux connaître les propriétés de ces derniers et leur comportement vis à vis des traitements thermique et industriel en générale.

I.1. Définition et structure des argiles

I.1.1. Définition des argiles

Le terme argile trouve son origine dans le mot grec « argilos », dont la racine Argos signifie blanc [1]. Ce sont des aluminosilicates dont la structure est formée d'un empilement de feuillets. Il n'existe pas de définition unique du terme « argile ». Ce mot englobe deux connotations, l'une liée à la taille des grains et l'autre à la minéralogie.

Cette définition dépend de la discipline concernée : Le géologue ou le pédologue considèrent comme « argile » tout minéral de faible granulométrie, la limite étant fixée à 2 ou 4 microns selon les cas. Les ingénieurs s'attachent plutôt aux propriétés de plasticité des matériaux argileux quel que soit leur taille. Les céramistes regroupent les matériaux selon leurs comportements au chauffage.

Les argiles sont parmi les constituants de la couche superficielle de l'écorce terrestre formées le plus souvent par l'altération des minéraux de roches sous l'action des eaux, soit de surface, soit hydrothermale. Dans les deux cas, il y a un lien étroit entre la présence de l'argile et de l'eau. Par ailleurs l'argile est essentiellement un phyllosilicate hydraté. C'est à dire qu'ils sont constitués par un empilement de feuillets. Figure I.1 explicite la terminologie utilisée pour définir la structure des argiles. On distingue 4 niveaux d'organisation :

- Les plans (planes) sont constitués par les atomes.
- Les Feuillet (sheet), tétraédriques ou octaédriques, sont formés par une combinaison de plans.
- Les couches (layer) correspondent à des combinaisons de Feuillet.
- Le Cristal (crystal) résulte de l'empilement de plusieurs couches [2].

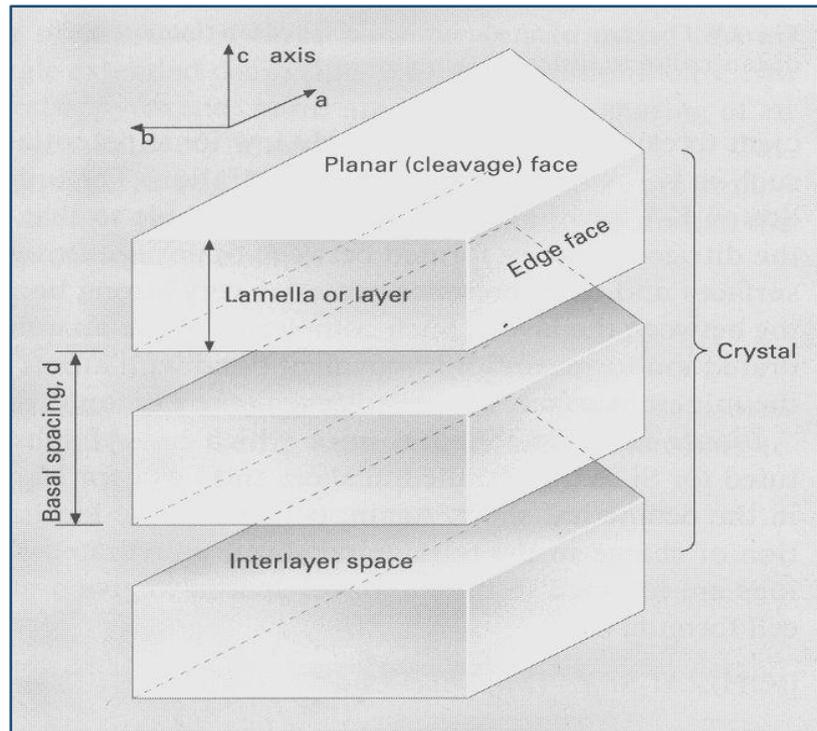


Figure I.1. Structure générale des phyllosilicates [2].

I.1.2. Structure des argiles

L'élément constitutif de base des silicates est le tétraèdre SiO_4^{4-} dans lequel un atome de Si est entouré de 4 atomes d'O figure I.2. (a), (b). Dans les phyllosilicate les tétraèdres s'agencent en partageant des oxygènes pour former un réseau hexagonal plan figure I.2. (b). Les O non partagés pointent tous dans la même direction. La formule de base est donc $\text{Si}_4\text{O}_{10}^{4-}$; (Figure I.2.c) [3].

Les feuillets tétraédriques s'associent à des feuillets octaédriques composés d'un assemblage d'octaèdres couchés sur une face, composés d'un cation central et 6 O ou OH- figure I.2. (d). Cette configuration permet d'accueillir des cations plus larges Al^{3+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Fe^{2+} .

Les tétraèdres s'agencent avec les octaèdres pour constituer des couches. Ces couches peuvent être neutres ou chargées négativement. Dans le premier cas les liaisons interfoliaires dont dépend la stabilité de l'édifice font intervenir les atomes d'hydrogènes. En effet, les protons (hydroxyles externes) qui sont à la surface des octaèdres, se trouvent à proximité des atomes d'oxygènes de la couche tétraédrique SiO_4 du feuillet suivant. Ils subissent alors l'attraction des atomes d'oxygène des deux couches : liaison hydrogène. Dans le dernier cas la charge dépend des substitutions de cations dans les feuillets tétraédriques (T) ou octaédriques (O). La charge de la couche est compensée par des cations qui se logent dans l'espace entre les couches (espace interfoliaires). [2].

La liaison Si - O est de nature covalente mais présente un caractère ionique de 51%. La liaison Al - O est de nature ionique partielle ou covalente ionisée et présente un caractère ionique de 63%. De ce fait la liaison Al-O se rompt plus facilement que la liaison Si - O.

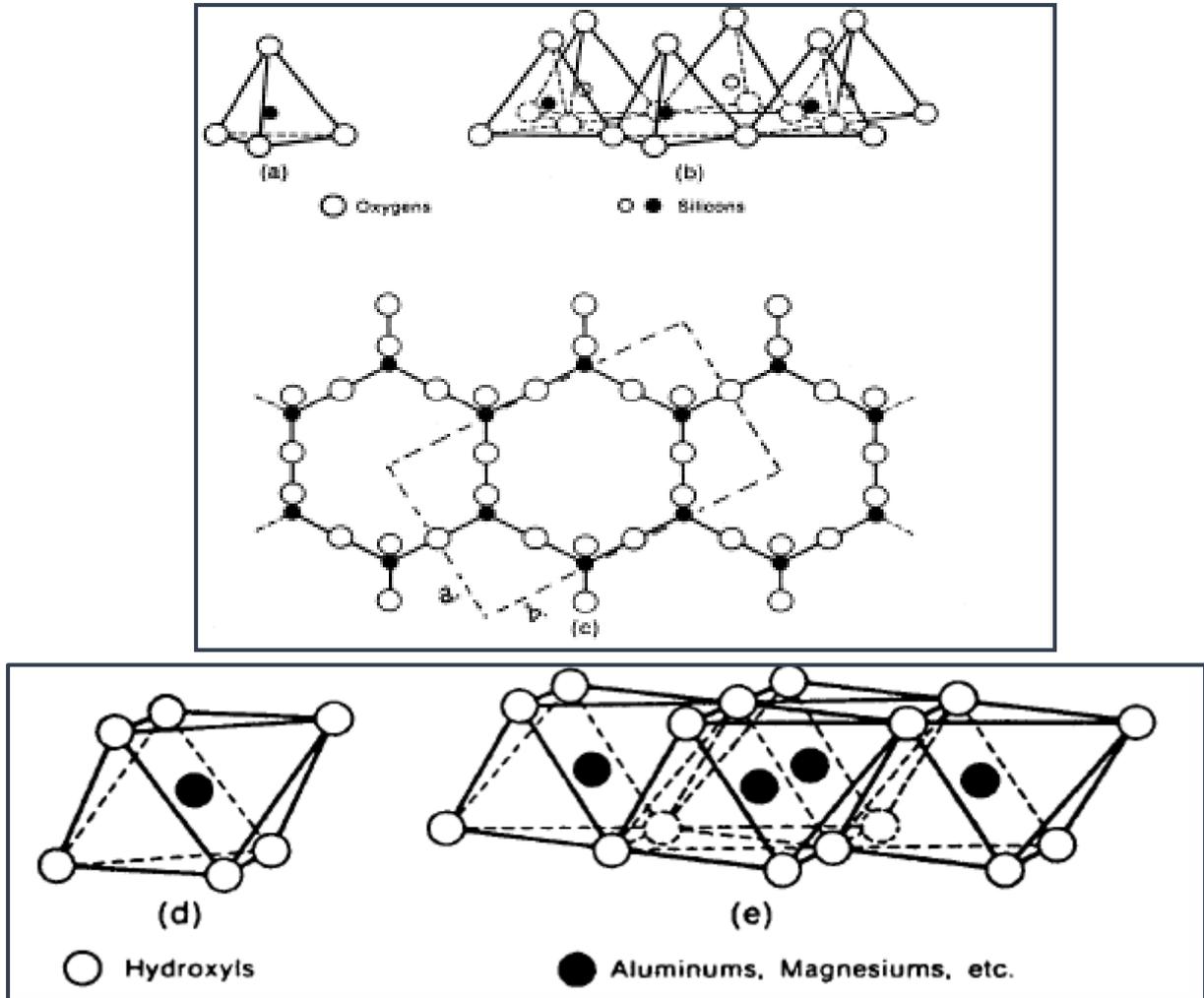


Figure I.2. Eléments structuraux d'un silicate : a) Modèle de base, b) Agencement des tétraèdres, c) Agencement des hexagones, d et e) Les octaèdres [3].

I.1.2.1. Classification des argiles

Différentes classifications des phyllosilicate ont été proposées. La première se base uniquement sur la charge du feuillet et sur le nombre d'atomes métalliques en couche octaédrique. La deuxième prend en compte la localisation des substituants, leurs distributions et le type des cations compensateurs. [4]

La classification la plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet. On distingue ainsi quatre groupes :

- **Minéraux à 7 Å** : Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche

- Octaédrique. Il est qualifié de T : O ou de type 1 :1. Son épaisseur est d'environ 7 Å.
- **Minéraux à 10 Å** : Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T : O : T ou de type 2 :1. Son épaisseur est d'environ 10 Å.
- **Minéraux à 14 Å** : Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T : O : T et de couches octaédriques interfoliaires.
- **Minéraux interstratifiés** : L'épaisseur du feuillet est variable. Ces minéraux résultent du mélange régulier ou irrégulier d'argiles appartenant aux groupes ci-dessus. La valeur de la charge permanente du feuillet a servi de critère pour établir une classification des phyllosilicates 2 :1 [5].

a) Principaux groupes d'argiles

Les groupes d'argiles les plus importants sont : les kaolinites, les illites, les chlorites, les smectites, les vermiculites, Les minéraux interstratifiés et les argiles fibreuses.

➤ **Kaolinite $Al_2Si_2O_5(OH)_4$** : Le feuillet de la kaolinite est toujours neutre, dioctaédrique et alumineux, de compositions $(Si_2) (Al_2) O_5(OH)_4$ par demi-maille. Morphologiquement, la kaolinite se présente sous forme de particules hexagonales constituées par des empilements de feuillets. La faible capacité d'échange des kaolinites est due à des sites de surface amphotères.

➤ **Illite $(K, H_2O)_2 Si_8 (Al, Fe, Mg)_{4.6} O_{20} (OH)_4$** : L'illite appartient à la famille des phyllosilicates 2 :1. Les feuillets possèdent une charge globale négative, plus élevée que celle des smectites, qui est compensée par des ions potassium. La différence fondamentale avec les smectites réside dans le fait que les ions compensateurs (potassium) ne sont que très faiblement échangeables : l'illite a une capacité d'échange cationique faible. Il n'y a pas d'hydratation des espaces interfoliaires.

➤ **Les chlorites $(OH)_4 (Si Al)_8 (Mg, Fe)_{6} O_{20}$** : Les chlorites appartiennent à la famille des phyllosilicates 2 :1 :1. Leur structure se compose d'un feuillet 2 :1 entre lequel s'insère un feuillet de brucite. Les chlorites peuvent être présentes en quantité non négligeable dans la fraction fine de sols peu évolués.

➤ **Les smectites** $(OH)_4 Si_8 (Al_{10/3}, Mg_{2/3}) O_{20}, nH_2O$: Les smectites sont des phyllosilicates constitués de deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédriques (phyllosilicates 2 :1). Les minéraux les plus importants de cette famille sont la montmorillonite, la beidellite, l'hectorite et la Saponite. La charge élevée de ces argiles est due pour l'essentiel à des Substitutions isomorphiques. Cette charge est donc permanente, négatives et dépendantes du pH.

➤ **Les vermiculites** $(Mg, Ca)_{0,7}(Mg, Fe, Al)_6(Al, Si)_8 O_{22}(OH)_{4,8} H_2O$: Les vermiculites appartiennent à la famille des phyllosilicates 2 :1. Elles sont majoritairement tri-octaédriques. Elles constituent une famille proche de celle des smectites, mais elles sont caractérisées par un déficit de charge plus important. Le déficit de charge est essentiellement dû aux substitutions tétraédriques et la compensation est assurée dans l'espace inter foliaire par des cations (Mg^{2+} Principalement) et des couches d'eau.

➤ **Les minéraux interstratifiés** : Ils résultent de l'empilement aléatoire ou ordonné suivant l'axe c, de plusieurs espèces de minéraux argileux (deux en général). Les combinaisons possibles entre les différents minéraux sont extrêmement nombreuses, mais seulement quelques-unes représentent la majorité des minéraux interstratifiés naturels.

➤ **Les argiles fibreuses** : ces principaux types sont la sépiolite et l'attapulgite (où Palygorskite) les structures ont des caractères communs avec celles des minéraux précédents. Ces minéraux sont des espèces dont à pseudo feuillets, leurs couches tétraédriques sont continuées contrairement aux couches octaédriques qui sont discontinues formant ainsi des rubans.

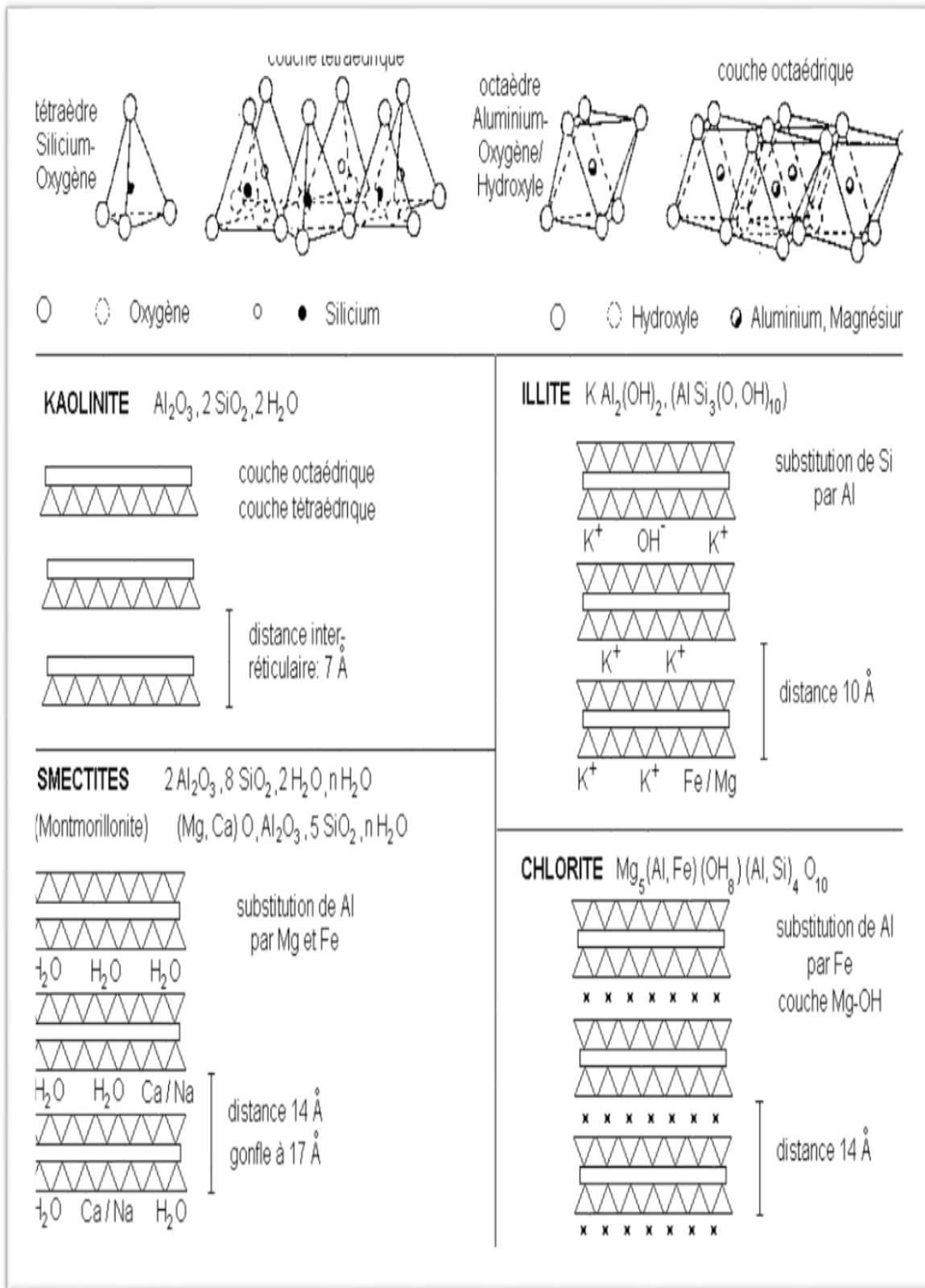


Figure. I.3. La classification et la structure des minéraux argileux. [5]

Tableau.I.1. Classification simplifiée des minéraux argileux. [6]

Types	Groupes	Sous-groupes	Principales espèces
1/1	Kaolinite	Diocatédrriques	Déckite Kaolinite Halloysite Nacrite
	Serpentine	Triocatédrriques	Amesite Antigorite Berthiérine Chrysotile Cronstedtite Greenalite Lizardite
2/1	Pyrophyllite-Talc	Diocatédrriques	Pyrophyllite
		Triocatédrriques	Talc
	Smectites	Diocatédrriques	Beidellite Montmorillonite Nontronite
		Triocatédrriques	Hectorite Saponite Stevensite
	Vermiculite	Diocatédrriques	Vermiculite di-
		Triocatédrriques	Vermiculite tri-
	Micas	Diocatédrriques	Céladonite Muscovite Paragonite Phengite
		Triocatédrriques	Biotite Lépidolite Phlogopite
	Micas durs	Diocatédrriques	Clintonite
	2/1 Structure fibreuse	Palygorskite Sépiolite	Triocatédrriques
2/1/1	Chlorites	Diocatédrriques	Donbassite
		Triocatédrriques	Brunsvigite Chamosite Clinochlore Diabantite Penninite Prochlorite Ripidolite Sheridanite Thuringite
		Di-triocatédrriques	Cookéite Sudoite

b) Propriétés des argiles

Les minéraux argileux se caractérisent par trois propriétés principales : Formes et surfaces spécifiques, capacités d'adsorption d'eau et de gonflement, multiples possibilités d'échanges cationiques. [6]

➤ *Forme et surface des argiles* : Les argiles se présentent sous trois formes : figure.I.4

- En flocons (lamelle) caractérisés par une même dimension dans les deux directions et une épaisseur équivalente à $1/20^{\text{ième}}$ de la longueur
- En latte, avec une dimension plus longue, épaisseur toujours équivalente à $1/20^{\text{ième}}$ de la longueur.
- En aiguilles, deux dimensions identiques et la $3^{\text{ième}}$ beaucoup plus grande.

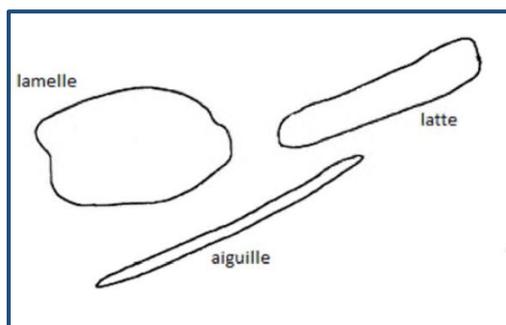


Figure. I.4. La Forme des particules argileuses. [6]

➤ *Capacités d'adsorption d'eau et de gonflement (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.

➤ *Charge des surfaces argileuses* : Les minéraux argileux se caractérisent par une surface électrique non neutre. Il existe deux types de charge :

- Une charge permanente ou structurelle liée aux substitutions ioniques (Al^{3+} pour Si^{4+} dans T, Mg^{2+} ou Fe^{2+} pour Al^{3+} dans O), de signe négatif.

- Une charge de surface variable selon le pH du milieu, liée aux réactions chimiques qui se produisent à la surface des minéraux ou suite à l'adsorption de surfactants, de signe positif (+) ou négatif (-).

Tableau.I.2. Caractéristiques des différentes familles d'argile [5]

Nom	Type	Diamètre d'une particule (μm)	Surface spécifique en $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$	C.E.C en meq/100g
Kaolinite	1 : 1	0.1 - 4	10 - 30	3 – 15
Illite	2 : 1	0.1 - 1	100 - 175	25 – 40
Smectites	2 : 1	0.1	700 - 840	80 – 100
Vermiculite	2 : 1	0.1	760	100 – 150
Chlorite	2 : 1 : 1	0.1	20	5 – 15

c) *Genèse et formation des minéraux argileux*

Les minéraux des argiles ne sont généralement pas présents dans les roches formées dans les parties profondes de l'écorce terrestre. En revanche leur domaine privilégié se trouve dans les zones superficielles ou ils sont situés dans les dépôts sédimentaires, dans les roches éruptives et métamorphiques rencontrées dans le sous-sol et dans les sols eux-mêmes. [6]

c).1. *Origine des minéraux argileux*

On reconnaît trois origines possibles aux argiles par :

➤ *Héritage* : c'est l'apport d'éléments phylliteux formés ailleurs sur le continent et transporté soit par l'eau (ruissellement ou cours d'eau) soit par le vent. Au cours du transport, les argiles déjà formées ne subissent que de faibles modifications de structure et de composition. En général, elles arrivent ensuite dans la mer ou dans les bassins lacustres. Ces sédiments argileux hérités reflètent souvent le climat des régions continentales ou ils se sont formés.

➤ *Transformation par dégradation et aggradation* : il arrive que les minéraux argileux conservent certains caractères structuraux des matériaux originels, mais ils subissent au cours du transport des transformations qui peuvent être importantes et qui les

font passer d'un type minéralogique à un autre par "dégradation", c'est-à-dire par soustraction de certains éléments. En revanche, la fixation d'ions alcalins sur une beidellite ou une vermiculite redonne un mica, et la fixation d'hydroxyde entre les feuillets d'une smectite la fait évoluer en chlorite. Un tel phénomène se nomme "aggradation". Ces deux phénomènes peuvent prendre place in-situ ou au cours du transport.

➤ *Néogenèse ou néoformation* : les minéraux argileux sont dans ce cas formés par précipitation d'ions en solution : silicium, aluminium et potassium, susceptible de réagir entre eux quand ils sont mis en contact par diffusion ou mélange. Les composés ainsi formés sont stables dans les conditions physicochimiques du milieu où ils ont pris naissance.

c).2. *Formation des minéraux argileux*

La formation des minéraux argileux implique plusieurs processus physiques ou chimiques dont les actions se complètent :

➤ *Processus physiques* : Parmi ceux-ci nous considérons le rôle de la température, du broyage, des attaques chimiques ou de l'action de lessivages.

- **Température** : sous l'action de la chaleur, les roches perdent leur eau hygroscopique, se dessèchent et certains éléments peuvent se déposer sous forme cristallisée, ce qui sépare ou décompacte les minéraux constituant la roche. Séchage et pression de cristallisation provoquent ainsi une arénisation, c'est à dire la formation d'un sable grossier constitué par les minéraux de la roche mère. Ces phénomènes de désagrégation peuvent être amplifiés. Ainsi le passage d'un mica à une vermiculite (par perte de potassium) provoque aussi par gonflement de cette dernière une dislocation intense de la roche initiale. Le gel est aussi un facteur de dégradation par transformation de l'eau en glace avec augmentation de volume, le cas des roches calcaires superficielles pouvant ainsi libérer des minéraux argileux inclus dans leur masse.

- **Broyage et dislocation** : les phénomènes subis par les matériaux lors de leur transport par le vent, les rivières et en particulier par les torrents. Il y a dislocation de la roche et broyage des cristaux ainsi que l'ont montré les anciennes expériences de Daubrée, et confirmées par Atterberg, qui a établi que dans ces conditions, la fragmentation des cristallites phylliteuses tels que les micas, donnait naissance à de véritables argiles.

➤ **Processus chimique et physiques** : aboutissant à la mise en solution partielle ou complète des constituants des minéraux de la roche mère par :

- Oxydation et réduction
- Hydrolyse
- Complexolyse
- Acidolyse (hydrolyse en milieu acide)
- Néogènes à partir d'éléments en solution [1]

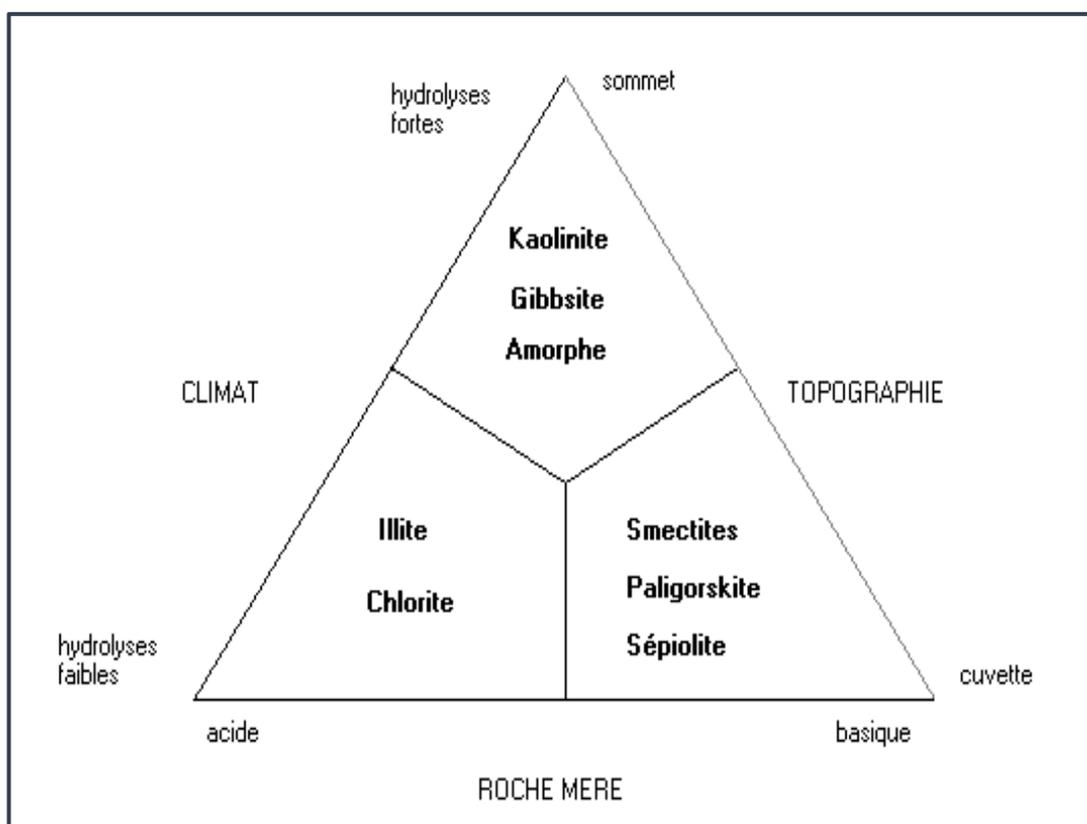


Figure.I.5. Types de phyllosilicates formés au cours de l'altération. [1]

I.2. Les kaolins

I.2.1. Définition

Le terme kaolin, d'origine chinoise, vient de "**KAOLING**", nom d'une colline située à proximité de Yaochao-Fu dans la province de Kiangsi, où cette matière blanche et plastique a été exploitée à partir de 210 avant Jésus-Christ [7].

Les kaolins font partie de la famille des argiles. Ils appartiennent au groupe des silico-alumineux phylliteux, avec la montmorillonite, les illites et micas, les polygroslyte. La phase

principale constituant le kaolin est la kaolinite $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ou l'halloysite $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot nH_2O$ (avec $n = 4$).

I.2.2 La composition chimique

La formule chimique du kaolin est $(Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O)$ ce qui correspond aux teneurs massiques suivantes : 36.53% d' Al_2O_3 , 46.50% de SiO_2 et 13.95% de H_2O ; sa masse molaire est de 258 g.

Ces rapports changent selon le degré de pureté du kaolin. On considère le meilleur type de kaolin celui qui contient 45.5% en pourcentage massique d'alumine, et qui est rare dans la nature. [8]

I.2.3 Propriétés du kaolin

Le kaolin est connu de ses caractéristiques spécifiques résumées dans (le tableau I.3)

Tableau.I.3. Propriétés générale du kaolin

Propriété	Valeur
Masse volumique (g/cm ³)	2.60 – 2.63
Dureté (mohs)	2 – 2.5
Coefficient de dilatation linéaire (20-700)	$5 - 7 \cdot 10^{-3}$
Conductivité thermique (cal/cm.s.C)	$4 - 5 \cdot 10^{-3}$
Température d'utilisation (C)	1400
Résistance de flexion (kg/cm ²)	50 – 210

I.2.4. La structure de la kaolinite

La kaolinite est un phyllosilicate de type 1 : 1 dioctaédrique qui est constitué d'un empilement régulier de feuillets composés d'une couche tétraédrique siliceuse en alternance avec une couche octaédrique alumineuse. 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 Å et sa formule structurale est $2(Si_2O_5Al_2(OH)_4)$. 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.

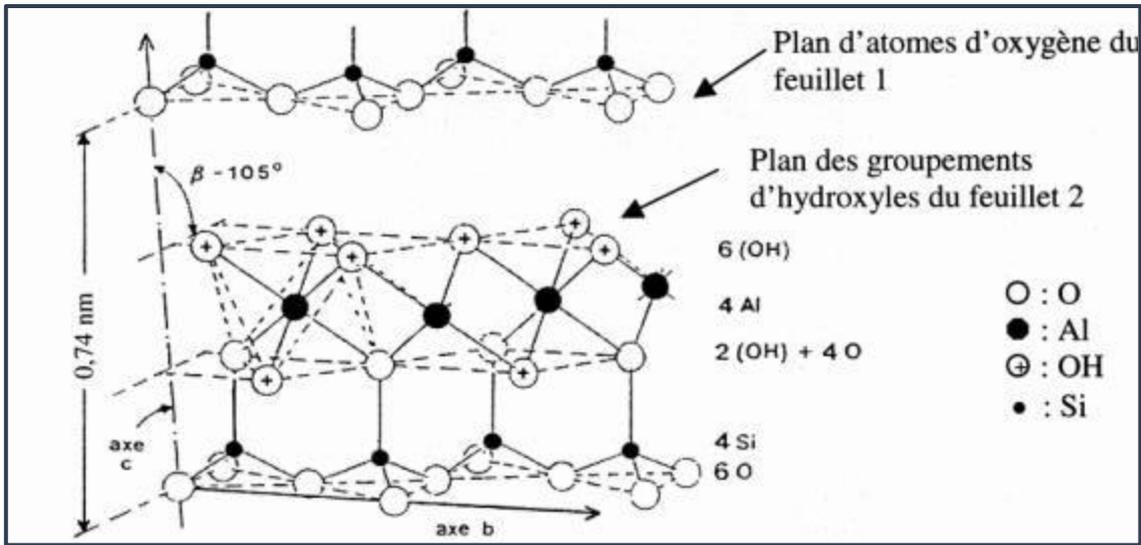


Figure I.6. Structure type 1 :1, cas de la kaolinite [7].

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 idéale, 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. [9]

Kaolinite Triclinique

$$\alpha=91^{\circ}8' \quad a=5.16 \text{ \AA}$$

$$\beta=104^{\circ}5' \quad b=8.94 \text{ \AA}$$

$$\gamma=90^{\circ} \quad c=7.38 \text{ \AA}$$

Dickite Monoclinique

$$\alpha=96^{\circ}50' \quad a=5.15 \text{ \AA}$$

$$b=8.96 \text{ \AA}$$

$$c=14.45 \text{ \AA}$$

Nacrite Monoclinique

$$\alpha=90^{\circ}20' \quad a=5.15 \text{ \AA}$$

$$b=8.96 \text{ \AA}$$

$$c=43 \text{ \AA}$$

I.2.5. Morphologie de la kaolinite

La morphologie des cristaux est généralement assez régulière. Ceux-ci se présentent sous la forme de plaquette hexagonale Figure I.7.a, parfois allongées ou réduites à de simples losanges, délimités par les faces basales (001) et les faces latérales (110), (110) et (020) Figure I.7.b. Les dimensions des cristaux varient sensiblement, leur diamètre est compris entre 0,04 et

5 μ m et leur épaisseur entre 10 et 200 nanomètres. Les faces latérales portent des groupes –SiOH ou –AlOH, susceptibles de dissociations amphotériques en fonction du pH du milieu [10].

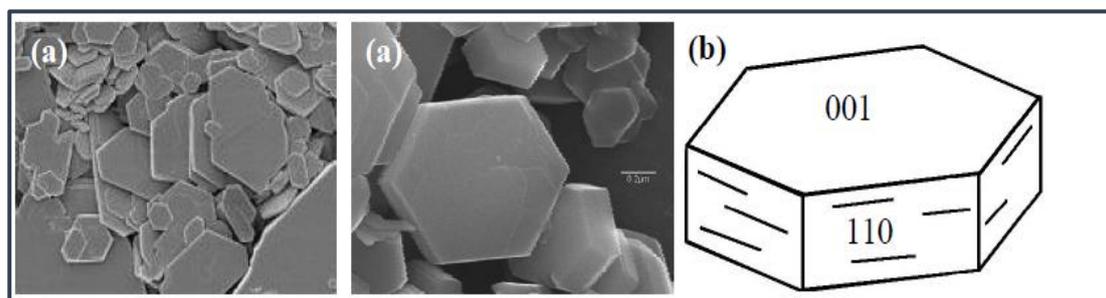


Figure I.7. (a) Morphologie d'une kaolinite très bien cristallisée et (b) représentation d'une plaquette de kaolinite [9].

I.2.6. Développement thermique du kaolin

Compte tenu, de la sensibilité du processus de kaolinisation à la modification des niveaux de circulation hydrothermale, aux variations de température dans la masse granitique et aux hétérogénéités de composition du granite, un kaolin présente généralement des caractéristiques différentes dans un même gisement

Plusieurs études ont été faites au sujet du comportement du kaolin au cours d'un traitement thermique, la première étape dans cette série de transformation est la réaction endothermique situer dans le domaine de température entre 450-600°C, chez la majorité des auteurs elle est due en effet au dégagement de la totalité de l'eau de structure compris dans la kaolinite contenue dans le kaolin avec la formation d'une kaolinite déshydroxylée définie comme le métakaolinite ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). S'agissant la réaction exothermique située dans la limite du 980°C, elle représente un point d'inflexion chez les différents chercheurs, le premier groupe suppose que cette réaction est dû à la formation de l'alumine phase spinelle ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \gamma$), mais d'autres supposent la nucléation de la mullite et spinelle en même, le deuxième groupe suppose uniquement la nucléation de la mullite mais la supposition du premier groupe est prédominante.

Donc la transformation entre 1100-1200°C est due à la formation du mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), ne traduit pas que la formation du mullite commence à partir de 1100°C mais peut être à des températures inférieures de 1100°C. [7]

Les différentes étapes des transformations structurales en fonction de la température sont les suivantes (tableau I.4) :

Tableau.I.4. Transformation du kaolin en fonction de la température de cuisson.

Domaine de température	Etapes de la transformation du kaolin
Ambiante → 110°C	Eau de gâchage
110 → 500 à 600 °C	Eau de structure. retrait : 20% en volume, 7% linéaire.
600 → 700 °C	Kaolinite → métakaolinite : $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$
700 → 800 °C	Affaiblissement de la structure de la métakaolinite
800 → 900 °C	Décomposition de la métakaolinite → alumine γ , spinel
900 → 1000 °C	Cristallisation de la mullite $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$
1000 → 1100 °C	Cristallisation de la cristobalite SiO_2

I.2.7. Origine des kaolins et minéraux associés

I.2.7.1. Kaolins primaire ou résiduel

La plupart des argiles et minéraux argileux proviennent de la transformation de silicates primaires ou de roches volcaniques, sous l'influence de processus physiques et chimiques impliquant l'eau de la surface de l'écorce terrestre.

La kaolinite provient généralement de l'hydrolyse de n'importe quel minéral ou verre silico-alumineux. Par exemple la formation de kaolinite à partir de feldspath potassique peut s'écrire :

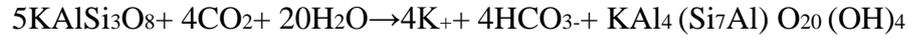


Le processus ci-dessus conduit à des kaolins dits primaires, en contact direct avec la roche silico-alumineuse qui leur a donné naissance. La kaolinisation des minéraux silico-alumineux suppose un lessivage total des éléments alcalins et alcalino-terreux (K, Na, Ca), du fer et le départ d'une partie de la silice ; on estime à environ 30 % la diminution de volume liée à ces lessivages. Deux fluides peuvent être à l'origine des phénomènes de kaolinisation [11].

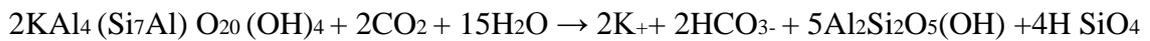
Si le drainage de ces roches par l'eau est abondant, ce processus géochimique naturel conduit directement à la formation de la kaolinite [12] suivant la réaction :



En revanche, si le drainage est faible, le transfert de potassium est incomplet et il se forme de l'illite selon la réaction :



Lors d'un drainage ultérieur, cette illite peut poursuivre son hydrolyse, en expulsant le potassium, pour conduire alors à la kaolinite :



Des réactions analogues permettent de décrire l'hydrolyse de l'albite (feldspath sodique) directement en kaolinite ou en un composé intermédiaire (montmorillonite sodique). D'après Helgeson et Mackenzie [13] toujours, dans les mêmes conditions d'hydrolyse, la formation de la kaolinite est dix fois plus rapide à partir de l'albite que des feldspaths potassiques. La figure.I.8 représente la coupe schématique d'un gisement de kaolin primaire.

Les kaolins résiduels sont généralement situés à la surface de la roche mère. Ils sont relativement purs, avec peu d'intrusion en leur sein.

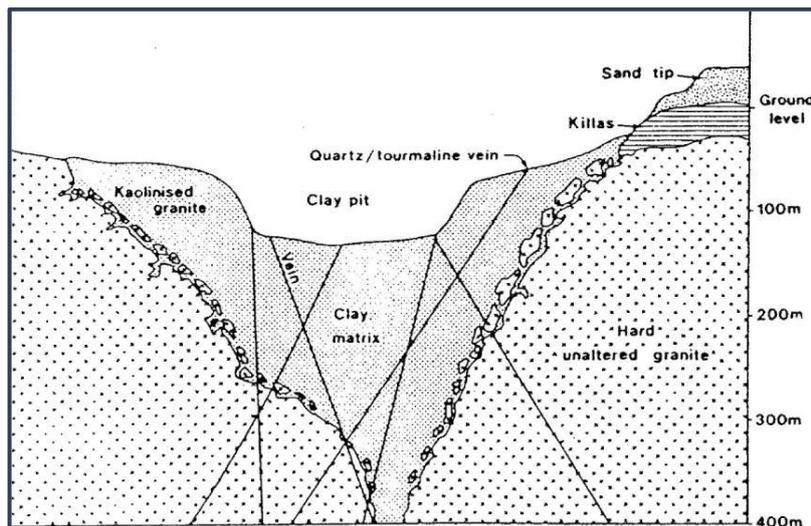


Figure.I.8 Coupe schématique d'un gisement de kaolin primaire [13]

I.2.7.2. Kaolins secondaire ou sédimentaire

Les kaolins dits secondaires ont pour origine Les kaolins primaires peuvent être entraînés par les eaux de ruissellement. Ils sont mélangés alors au sable et se déposent dans des fosses. Ils constituent alors des kaolins dits secondaires ou sédimentaires.

Il existe deux zones possibles pour la formation de ces dépôts :

a) *En eau douce*

Si les argiles, généralement chargées négativement dans l'eau, ne rencontrent pas de cations susceptibles de favoriser leur floculation, elles restent longtemps en suspension. Il s'ensuit un tri sélectif des éléments indésirables en fonction de leur aptitude à sédimenter. Les particules les plus lourdes, qui se déposent en premier, sont ainsi recouvertes par un kaolin riche en kaolinite. Les micas, formés de feuillets qui flottent également longtemps sur l'eau, se retrouvent alors généralement mélangés à la kaolinite.

b) *En eau de mer*

Au contact de l'eau de mer, riche en cations, près de 90% des argiles chargées négativement flocculent. Ces dépôts, qui forment alors des bouchons constitués de kaolinite impure, sont communément appelés argiles kaolinitiques (mélange avec d'autres éléments tels que micas, quartz, pyrites, etc.).

I.2.7.3. Minéraux associés

a) *Les composés du fer*

Le fer présent dans le kaolin est essentiellement sous forme d'oxyhydroxyde et/ou d'oxyde sauf en présence de matières organiques. Ce sont la goethite (FeOOH), la lépidocrocite (FeOOH), l'hématite (Fe_2O_3), la maghémite (Fe_2O_3), la magnétite (Fe_3O_4).

Ces espèces minérales se transforment durant le traitement thermique ou se combinent partiellement avec les phases silico-alumineuses majoritaires [14].

b) *Les oxydes de titane*

L'oxyde de titane TiO_2 se présente sous trois formes cristallines : l'anatase, le rutile et le brookite qui se retrouvent dans la nature altérée pouvant contenir diverses impuretés, Fe, Cr, V, etc... [15]. L'Anatase existe sous forme de particules fines qui donnent aux kaolins une couleur gris jaunâtre. Dans les kaolins sédimentaires, les oxydes de titane peuvent atteindre 3,5 % en poids.

Les kaolins primaires en contiennent beaucoup moins : environ 0,5 %. Les oxydes de titane existant dans la fraction d'argile du kaolin sédimentaire ont été identifiés principalement sous forme d'anatase, bien qu'un peu d'autres espèces telles que le leucoxène et le brookite également aient été détecté. Ces oxydes de titane sont habituellement fortement souillés par le fer et en conséquence varient de jaune au brun foncé.

c) *Les feldspaths*

Les feldspaths résiduels sont les feldspaths qui ont résistés aux différents facteurs d'altération physico-chimiques externes. Les kaolins primaires contiennent presque toujours des feldspaths résiduels.

A l'inverse ils sont inconnus dans les kaolins secondaires. Ils sont porteurs de potasse et/ou de soude et ont donc tendance à abaisser les températures d'apparition du verre.

d) *Les matières organiques*

Les matières organiques sont l'ensemble des constituants organiques d'un sol, morts ou vivants, d'origine végétale, animale ou microbienne, fortement transformés ou non [14].

Les matières organiques qui ne représentent que quelques pourcents du poids du sol, peuvent être divisées en trois fractions principales qui sont en constante évolution, interagissant les unes avec les autres :

- Les constituants vivants ;
- Les débris constitués de morceaux de racines, d'animaux, de feuilles ;
- L'humus, constitué de composés organiques issus de la dégradation des résidus précédents.

Dans les kaolins les matières organiques ne représentent qu'un très petit pourcentage. Elles participent à la coloration des kaolins crus [18]. Elles disparaissent en général à des températures variant entre 400°C et 550°C. La présence de matières organiques s'accompagne d'un milieu réducteur dans lequel se développent fréquemment des sulfures.

e) *Mica*

Ce sont des espèces faiblement hydratées, se présentant en lamelles brillantes, certaines variétés sont des fondants alcalins mais d'autres comme l'illite ou la muscovite ont des qualités réfractaires. Ils sont caractérisés par la présence de potassium au niveau de l'inter-feuillet, sa formule chimique est $(6\text{SiO}_2 \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{K}_2\text{O} \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ les substitutions sont fréquentes dans les deux

couches octaédriques et tétraédriques (Fe, Mg, K, Na). Ils contiennent souvent des impuretés colorantes qui limitent leur emploi dans l'industrie.

La muscovite ou mica blancs qu'on trouve dans les roches kaolinisés, est souvent associée aux minéraux argileux et devient néfaste si la teneur en fer est importante.

Les illites constituant les micas sont des minéraux à base non échangeable possédant la même structure que la muscovite, la seule différence entre eux est le nombre de feuillets constitutifs. Elles sont partiellement hydratées et ne présentant pas des phénomènes de gonflement, du fait de la présence d'alcalins dans ce réseau.

f) *Quartz*

La silice libre se rencontre essentiellement sous forme de quartz dans le kaolin ; Le quartz contribue significativement à la résistance mécanique des pièces crues. La forme sous laquelle se trouve la silice après cuisson conditionne les propriétés thermiques des céramiques silicatées [21].

I.2.8. Les caractéristiques recherchées dans le domaine industriel

Le kaolin est utilisé en raison de ces caractéristiques qu'on cite :

- **1. Matériau réfractaire :** Il s'agit souvent d'une bonne résistance à la chaleur c'est-à-dire aux effets induits par les hautes températures, par des corps ayant un point de fusion élevé.
- **2. Faible viscosité en suspension dans l'eau :** C'est la résistance à l'écoulement uniforme et sans turbulence se produisant dans la masse d'une matière. La viscosité dynamique correspond à la contrainte de cisaillement qui accompagne l'existence d'un gradient de vitesse d'écoulement dans la matière, d'où l'origine du qualificatif de dynamique. Lorsque la viscosité augmente, la capacité du fluide à s'écouler diminue. Pour un liquide (au contraire d'un gaz), la viscosité tend généralement à diminuer lorsque la température augmente.
- **3. Une opacité naturelle :** Propriétés qu'ont certains corps de s'opposer au passage de la lumière, Un matériau est opaque s'il ne permet pas le passage des rayons lumineux. On ne peut rien percevoir à travers celui-ci.

- **4. L'inertie chimique** : En chimie l'inertie est la propriété d'un corps de ne pas réagir au contact d'un autre corps (CNRTL)¹
- **5. Blancheur** : Caractéristique de tous matériau de couleur blanche.
- **6. La couleur** : La couleur du kaolin a retenue toute notre attention et dont on a fait sujet de ce travail nous allons donc définir cette propriété et les paramètres qui l'influencent.

La couleur est l'un des éléments le plus attractif d'un minéral, elle est souvent considérée comme étant l'un des critères de reconnaissance des minéraux. [22].

D'un point de vue chimique, La couleur est une combinaison de pigments, dont l'existence cause la perception colorée. L'approche chimique produit des nomenclatures de produits et de teintes, et note les possibilités de mélange. D'un point de vue physique, La couleur prend ses sources dans les interactions entre la lumière (énergie) et les électrons. On peut distinguer les interactions physiques, pour lesquelles la lumière n'est affectée que d'une manière élastique, c'est à dire que sa direction est perturbée mais pas son intensité (phénomènes de réfraction, diffusion ou diffraction) des interactions chimiques où les interactions sont inélastiques, pour lesquelles une partie de l'énergie de la lumière est absorbée. Il s'agit ici principalement de phénomènes d'absorption par des éléments de transition, de centres colorés ou par des transferts de charges dans des groupements de plusieurs atomes.

Quel que soit l'ion de l'élément de transition présent en grande quantité, ou seulement en tant qu'impuretés, on distingue deux types de coloration :

a) La coloration idiochromatique

La coloration idiochromatique est intrinsèque au minéral, c'est à dire qu'elle est due à la présence d'ions « colorants » en grande quantité dans le minéral, ions qui sont l'essence même du minéral et non pas des impuretés.

b) La coloration allochromatique

Par opposition à la coloration idiochromatique, la coloration allochromatique est due à des ions présents en faible quantité dans le minéral. Ce sont des impuretés et ils n'apparaissent pas dans la formule du minéral par ailleurs sans ces impuretés le minéral apparaît incolore. [21]

¹ CNRTL : centre national de ressources textuelles et lexicales

I.2.9. Paramètre influençant sur la couleur

I.2.9.1. Présence des impuretés

La coloration naturelle des kaolins est due à la présence des impuretés minérales des phyllosilicates et à la présence des éléments de chromophore dans la kaolinite tel que le Fe^{3+} en substitution isomorphiques d' Al^{3+} octaédrique. Les impuretés minérales telles que la goethite, l'hématite, l'anatase, la todorokite, etc... donnent de la couleur aux argiles en générale et aux kaolins en particulier. Ils sont présents comme des minéraux auxiliaires qui sont défavorables aux propriétés optiques (vis-à-vis de la blancheur) des produits qui les renferment. L'état de valence des ions ainsi que leurs positions atomiques dans la structure dépend des conditions de formation des minéraux. Plusieurs recherches ont été faites sur la nature des ions existants dans les impuretés du kaolin, notamment l'impureté de fer [20,21], celles-ci montrent que :

Les minéraux de fer les plus communs dans les argiles sont l'hématite de couleur rouge et la goethite de couleur jaune. La coloration grise de certains kaolins [21] est due à la présence de quantités mineures de diverses phases minérales telles que la pyrite, la marcassite, silicates de fer et kérogène. Ils restent inchangés en conditions réduites tant qu'ils ne sont pas chimiquement oxydés.

I.3. L'usage du kaolin

Le kaolin est connu pour ces diverse caractéristique qui font de lui un matériau industriel de sa blancheur qu'il soit réfractaire, Naturellement opaque, de Faible granulométrie, faible viscosité en suspension dans l'eau et inerte chimiquement.

Un kaolin commercialisé, satisfait généralement les conditions suivantes :

- Rester blanc après cuisson à 1400°C ;
- Présenter un diamètre maximum des grains (généralement de $20\mu\text{m}$), qui n'excède pas $50\text{-}63\mu\text{m}$;
- Contenir au moins 80% en poids de kaolinite.

L'utilisation du kaolin dans un domaine précis est liée à l'une de ses propriétés spécifiques qui varient d'une industrie à une autre on cite :

- **1. Céramiques**

Les industries des tuiles et briques utilisent des kaolins pour adjuvanter les matières premières trop maigres.

L'utilisation en faïence pour la table et la décoration et aussi très réaliste, d'autant que les applications relèvent d'un cadre semi artisanal et se caractérisent par une relative souplesse de formulation. Par ailleurs, le produit est adapté à la fabrication de grés cérames et de grés chamottes, sous réserve qu'on s'accommode d'une teneur en eau de façonnage un peu plus élevée que la quantité habituelle (problème de finesse), ce point engendre un léger surcoût de séchage. Le produit serait certainement mieux adapté à des formules de pâtes pressées (carreaux émaillés), car les problèmes de blancheur et les problèmes d'écoulement ne se posent alors plus. [20]

Les spécifications techniques recherchées pour la fabrication des céramiques fines sont les suivantes (fiche technique SIM, Argiles pour céramiques fines et réfractaires).

- 1) Teneur en kaolinite prédominante ;
- 2) Eléments colorants non souhaités (argiles cuisant blanc) : $Fe_2O_3 < 2\%$, $TiO_2 < 2\%$;
- 3) La présence de quartz peut être souhaitable, sauf pour le réfractaire ;
- 4) Présence de feldspaths, micas/illites et calcite à des teneurs $< 25\%$, souhaitée au contraire pour les produits grésés (argiles grésantes) ;
- 5) Présence de smectites (teneur $< 5\%$), d'hallowysite et de matière organique souhaitée (Amélioration de la plasticité) ;
- 6) Présence de gypse et de sels solubles prohibée [20].

• 2. Les caoutchoucs

Le kaolin qui entre dans la fabrication des caoutchoucs améliore la résistance mécanique, la résistance à l'abrasion et la rigidité des produits.

Deux termes sont utilisés couramment dans cette industrie pour désigner le kaolin : le kaolin dur et le kaolin doux. Le kaolin dur est très fin (75 à $80\% < 2\mu m$) qui tend à augmenter la résistance à la traction, au déchirement et à l'abrasion. Il est principalement utilisé pour la fabrication des chaussures et des gaines de câbles.

Le kaolin doux est nettement plus grossier (20 à $45\% < 2\mu m$) ; il est utilisé principalement comme charge inactive, diminuant les coûts des produits sans changer de façon significative leurs propriétés mécaniques. Il leur confère toutefois une meilleure résistance à l'abrasion (revêtement des sols), il diminue l'élasticité du caoutchouc mais accroît sa stabilité dimensionnelle et améliore l'état de surface des extrudés [21].

- **3. Peintures**

Le kaolin est utilisé en peinture en raison de son inertie chimique, de son opacité et de son pouvoir suspensif qui permet d'améliorer les propriétés d'écoulement et de thixotropie. Il intervient souvent comme adjuvant des pigments blancs du dioxyde de titane, pour abaisser les coûts. La granulométrie joue sur le type de peinture, le kaolin grossier est utilisé pour produire les peintures mates, et les kaolins fins sont utilisés pour les peintures brillantes.

Les spécifications sont régies en France par la norme NF T31.101 (juin 1987), NF EN ISO 3262-8(Décembre 1999) pour le kaolin naturel et NF EN ISO 3262-9 (Octobre 1998) pour le kaolin calciné utilisé comme matières de charge pour peintures [20].

- **4. Polymères**

Très utilisé comme charge dans les plastiques (polymère), le kaolin permet d'obtenir des surfaces plus lisses, une meilleure stabilité dimensionnelle et une meilleure résistance aux acides.

Les fabricants des PVC utilisent le kaolin comme agent de renforcement car il augmente la durabilité de ces plastiques. Le kaolin calciné est utilisé pour les isolations en PVC des câbles électriques car il en accroît les propriétés diélectriques. Il a aussi permis de résoudre le problème des coulabilités posé par la fabrication des pièces complexes en polyester renforcé gênant la production cadence élevé d'élément comme des pièces d'automobiles ou des coques de bateaux.

L'industrie des plastiques est un marché important pour le développement de la production du kaolin, notamment à cause de l'utilisation croissante du kaolin à surface modifiée [21]

- **5. Réfractaires**

Un matériau réfractaire est un matériau ou une substance qui montre une très grande résistance aux hautes températures et à l'usure ils sont caractérisés par, un point de fusion $T_{\text{fusion}} > 2000^{\circ}\text{C}$, sont dure à température ambiante, et ils sont chimiquement inertes. Les principales utilisations de l'argile réfractaire concernent la fabrication de briques réfractaires, de chamottes (argile cuite utilisée comme « dégraissant » dans les produits céramiques) et de divers ustensiles accessoires, tels que des creusets, les nacelles, cornues, et pot de verrerie, utilisés dans les industries métallurgies [21].

- **6. Papier**

Dans l'industrie du papier le kaolin est utilisé à deux niveaux :

- a) **Comme charge** : il comble les interstices entre les fibres celluloses, améliorant ainsi sa blancheur, l'imperméabilité, la réceptivité d'encre et la stabilité dimensionnelle
- b) **Pour le couchage** : le kaolin améliore la surface du papier.

- **7. Matériaux de construction**

Le kaolin est employé dans l'industrie du bâtiment ou dans la fabrication de ciment. Les kaolins calcinés à basse température, ou métakaolins, présentent des caractéristiques pouzzolaniques très élevées, qui en font d'excellents additifs pour les mortiers et bétons à base de ciment Portland. Le kaolin, en tant que source d'alumine, en remplacement des argiles communes, riches en fer, permet d'éviter la présence de fer pour la production de ciment blanc.

Les métakaolins intéressent particulièrement les utilisateurs de ciments blancs, ainsi que les fabricants de mortiers et de bétons techniques [20].

- **8. Les applications médicales et cosmétiques**

Peu coûteuses et ayant fait preuve d'une efficacité particulière, évaluée depuis plusieurs siècles, le kaolin a sa place dans le domaine médicale et cosmétique d'hier et d'aujourd'hui.

Riche en silice et peu concentrée en sels minéraux, il a des propriétés antiseptiques, favorise la cicatrisation, est anti-inflammatoire, et convient bien en cataplasme sur les blessures et irritations. Le Seul inconvénient qu'on lui reproche dans ce domaine est le degré de pureté qui doit être assez élevé.

- **9 Les émaux**

L'émail est défini par la norme AFNOR NF92-010 de janvier 1977 comme étant : « Une substance résultant de la fusion ou du frittage de constituants non-organiques et destinés à former un produit vitrifié fondu ou capable de l'être, sur un support . L'émail est issu d'un mélange précis de minéraux (silice, feldspath, quartz...) fondus à environ 1200°C. Ces frites de verre sont ensuite broyées afin d'être appliquées.

Le kaolin joue un rôle prépondérant dans les émaux, il peut remplacer l'apport en alumine et en silice quand ils font défaut, il joue un grand rôle dans la suspension des barbotines d'émail du fait de la finesse et de la forme de ces grains ($< 2\mu\text{m}$). L'utilisation du kaolin dans les émaux

doit néanmoins être limitée à cause de son retrait lors de la cuisson qui risque de causer des défauts sur les glaçures. Un traitement physique et chimique du kaolin avant son utilisation dans la barbotine d'émail est nécessaire pour éliminer une partie des impuretés.

- **10 Autres applications**

Le kaolin entre dans la composition de nombreux autres produits, mais en très faible quantité additifs de nourriture, encres, adhésifs, agent catalyseurs, agents blanchissants (polisseurs), absorbants, produits phytosanitaires, textiles, revêtements de sol, fonderie. [21]

Tableau I.5. Utilisations industrielles du kaolin [21].

Rôle	Utilisation
Couchage	Couchage de papier, peinture, encre.
Charge	Charge minéral de papier, caoutchouc, plastiques, polymères, adhésifs, textiles, linoléum.
Matière première	Catalyseurs, fibre de verre, ciment, industrie du bâtiment, céramique, plâtre filtre, émaux, fonderie, production de composés chimique d'aluminium, production de zéolite
Diluant, adsorbant ou transporteur	Polissage, engrais, insecticide, détergent, produits pharmaceutique, produits de beauté, tannerie de cuirs

Conclusion

Les minéraux argileux sont des silicates plus ou moins hydratés, constitués par un agencement de tétraèdres siliciques et d'octaèdres aluminiques et/ou magnésiens.

La plupart de ces minéraux sont des produits issus de la transformation sous l'influence de processus physiques et chimiques de silicates primaires. Les produits obtenus renferment généralement de nombreuses impuretés susceptibles d'influencer l'évolution de ces matériaux pendant le traitement thermique ainsi sur la couleur de ces derniers

En raison des propriétés spécifiques et précisément des kaolins, l'utilisation de ces matières est très vaste dans l'industrie.

CHAPITRE II :
PRESENTATION
DES DIFFERENTS
KAOLINS
UTILISES.

Chapitre II : Présentation des différents kaolins utilisés

Introduction

Notre travail porte sur l'étude de la couleur de six kaolins, dont quatre d'origine Algérienne (CNT, KT2, KT3, KT3B) et deux d'origine étrangère (LPC, RMD). Les premiers sont des produits marchands de Tamazert, les seconds sont des produits marchands venus de l'étranger.

Ces kaolins se différencient par leurs compositions minéralogiques, chimiques et leurs distributions granulométriques. Le choix de ces kaolins est lié aux impuretés minérales diversifiées qui influence sur le paramètre de notre étude qui est la couleur, ils referment à savoir, les micas, le quartz, les feldspaths et la goethite.

II.1. Géologie et situation géographique des différents gisements de kaolins

II.1.1. Présentation du complexe de kaolin de Tamazert

II.1.1.1. Historique du gisement

L'exploitation du gisement de kaolin de Tamazert a débuté en 1927 sur le compte d'une compagnie franco-africaine pendant une période d'environ 5 ans (1927-1932). En 1933 la carrière de Tamazert a été abandonnée à cause d'une apparition sur le marché international du kaolin de qualité supérieure aux autres gisements, avec une teneur plus réduite en oxyde de fer Fe_2O_3 selon l'opinion des spécialistes de cette période, il est difficile d'éliminer ce dernier au niveau du gisement de Tamazert.

Pendant la période 1967-1968 une mission chinoise a effectué une prospection et une évaluation préliminaire du gisement en vue d'approvisionner l'usine de céramique de Guelma, pour cela elle avait délimité un bloc d'exploitation d'environ 150000 tonnes. Ces travaux sont pour le compte de BAREM¹. Entre 1969 et 1970 l'exploitation de cette carrière a repris et actuellement les travaux d'exploitation ont lieu dans les limites de gites centrales [24].

¹ Bureau Algérien De Recherche Et Etude Minière.



Figure II.1. Gisement de kaolin (Tamazert, NE Algérie) en cours d'exploitation (Carrière : corps central)

II.1.1.2. Situation géographique

Le gisement de Tamazert se situe au Nord-Est de l'Algérie, plus précisément en petite Kabylie. Il est limité à l'ouest par la ville de Jijel (à 45 km), Au Nord par la mer méditerranéenne (10 km) et à l'Est par la ville d'EL Kol (35 km) (Figure.II.2). [25]

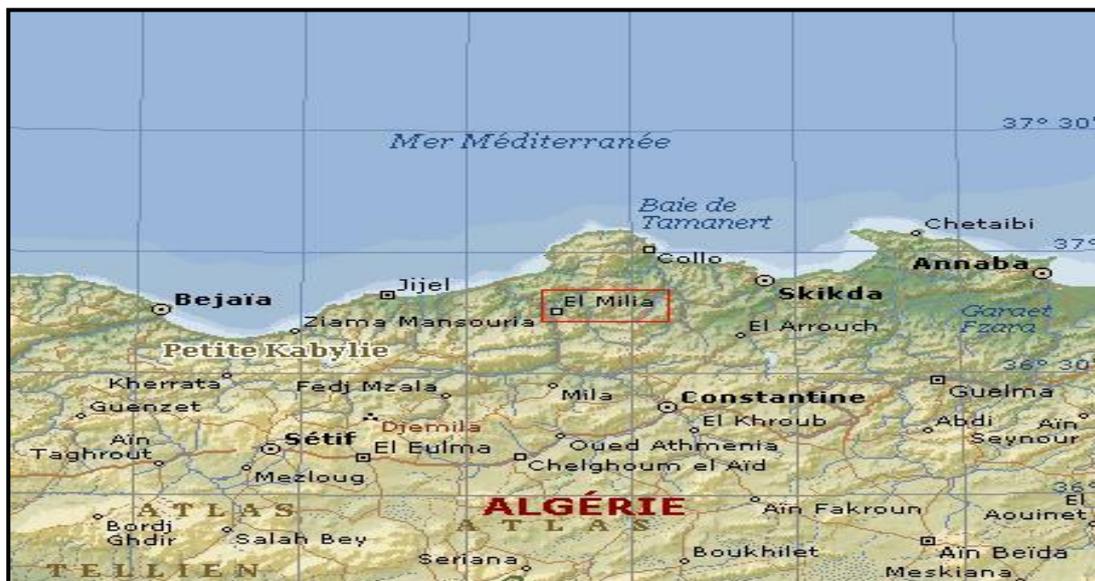


Figure.II.2. Localisation du gisement de kaolin de Tamazert (El-Milia) [25].

II.1.1.3. Formation du gisement

La kaolinisation se distingue par le développement parmi les terrains hydrothermaux transformés de minéraux du groupe kaolinitiques tels que la kaolinite, la Dickite, et la Nacrite. Le plus souvent ces minéraux produisent des roches de feldspaths, muscovite et de chlorite.

Les masses kaolinitiques se forment généralement par processus supergenese dans la zone d'oxydation des minéraux sulfurés. L'existence d'autre élément principalement sous forme d'oxyde et des carbonates dans le minerai du kaolin concordes le plus avec l'hypothèse de formation par un processus d'altération. la désagrégation des roches en place dans la couche superficielle du manteau de débris et peut être l'une des principales causes de la formation du kaolin de Tamazert, caractérisé par la présence de bancs sableux.

L'hydrolyse décompose les silicates en minéraux argileux, d'où la formation des oxydes libres et hydroxydes d'aluminium, silicium, fer, manganèse, qui passent en solution par lessivage [24].

II.1.1.4. Géologie du gisement

Les roches encaissant le gîte de Tamazert sont composées essentiellement de gneiss, de micaschistes et accessoirement de granites plus ou moins gneissiques.

a) Minéralogie du minerai

L'analyse minéralogique réalisée par des méthodes aux rayons X, sur des échantillons de kaolin provenant du corps central a permis de mettre en évidence la présence de divers minéraux :

- *La kaolinite* ($Al_2 Si_2 O_5 (OH)_4$)

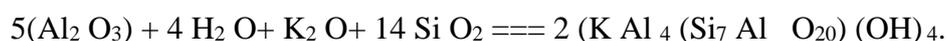
La kaolinite peut être le résultat de la transformation d'argiles illitiques ou sous l'influence d'une forte action de lessivage dans des conditions de forte acidité, cette dernière peut parvenir de l'oxydation de sulfures.

- *Halloysite* ($Al_2 S_2 O_5 (OH)_4 \cdot 2 H_2O$)

Son origine peut être le résultat de la transformation par altération d'argiles illitiques dans des conditions d'acidité plus ou moins forte.

- *Illite* ($Al_2 [Si_{(4-X)} Al_X] O^{10} (OH)_2$)

L'illite provient de l'apport excédentaire en éléments chimiques de dissolution (feldspath et autres : Al, Si, K, H O) selon la réaction :



Elle peut évoluer suivant la pluviosité et le drainage :

- Soit vers la kaolinite ou l'halloysite ;
- Soit vers la vermiculite.

• **Dickite** ($Al_2 Si_2 O_5 (OH)_4$)

Les manifestations hydrothermales qui apparaissent le long des failles, et fissures dus à la tectonique. Provoquent fréquemment l'apparition de la dickite.

• **Vermiculite** ($(Mg, Fe, Al)_3 (Al, Si)_4 O_{10} (OH)_2 \cdot 4 H_2 O$)

Les manifestations hydrothermales provoquent la sericitisation et peuvent être à l'origine des vermiculites (rapport géologues chinois, 1968).

• **Les Minéraux de gangue**

Ce sont les minéraux non argileux, accompagnant souvent le minerai. Leur abondance varie d'un affleurement à un autre. Ils sont représentés par :

- **Le Quartz** ($Si O_2$) : C'est le minéral le plus abondant. Il se présente sous forme de filonnets le long des fissures et des fractures profondes de 0.5 cm à 5 cm.
- **La Barytine** ($Ba SO_4$) : Elle se présente sous forme de groupements cristallins en crêtes de coq plurimillimétriques et en gros cristaux centimétriques lamellaires, sa couleur est blanche à brune, très dense. Et de 1 à 10 m de longueur, traversant le minerai. Ces filons dont l'ampleur est réduite, n'ont pas d'intérêt économique.
- **La Calcite** ($CaCO_3$) : Elle est moins fréquente que le quartz et se présente sous forme de veinules remplissant les fractures et les vides dans le minerai. Elle est souvent incolore ou blanc laiteux, mais parfois colorée par des impuretés en différentes nuances (gris, jaune), par ailleurs sa présence dans le gisement de Tamazert apparaît lors de la réaction endothermique à 940°C.

b) Composition chimique du minerai

La composition chimique des kaolins est d'une grande importance pour déterminer les usages industriels éventuels de cette substance.

On distingue deux variétés de kaolin en fonction du degré de kaolinisation, de la texture et du pourcentage de minéraux argileux, ces variétés sont :

- *Le kaolin sableux (ks)* : qui varie en coloration, granularité du quartz et compacité.
- *Le gneiss kaolinisés (gk)* : est caractérisé du point de vue minéralogique en comparaison avec le faciès (ks), par une proportion élevée de feldspath et par un pourcentage plus faible en minéraux argileux.

II.1.1.5. Exploitation du gisement

Le gisement de kaolin de Tamazert est divisé en trois principaux endroits, appelés corps :

- Le corps central : Le plus important en réserves.
- Le corps nord en deuxième position
- Le corps sidi Kader : le moins important en réserves mais celui qui présente la meilleure qualité.

a) Mode d'exploitation

Le gisement est exploité à ciel ouvert sur une superficie de 331 hectares. Il se présente en lentilles, d'épaisseurs très variables en fonction du degré de kaolinisation avec des gradins d'une hauteur de 5 mètres et d'une largeur de 20 mètres.

L'extraction mécanisée du minerai se fait après sélection des sites d'abattage aux moyens d'engins de carrière. Le chargement du minerai abattu au moyen de pelles chargeuse et son évacuation vers l'usine de traitement à l'aide de camions de 14 tonnes de charge [7].

La méthode d'exploitation utilisée dite : continue de système transversal à deux bords.

b) Les produits et sous-produits du kaolin de Tamazert

Compte tenu des besoins actuels et futur du marché Algérien, L'ENOF a pris les décisions que l'instauration de l'usine de traitement de kaolin implantée à proximité du gisement qui produit 50 000 T/An de kaolin produit marchand destinée à différents emplois :

- Kaolin KT₂ destinée en majeure partie à l'industrie céramique.
- Kaolin KT₃ prévu pour l'industrie céramique chimique et comme charge de papier.
- Kaolin KT₃B exclusivement prévue comme charge du papier.
- Kaolin CNT issu du traitement de brut de corps nord au niveau du laboratoire

Les qualités du kaolin dépendent des impuretés ultras fine dans le matériau et qui ne sont pas éliminées par séparation granulométrique, ni par lavage (débouillage), ces différentes impuretés peuvent être classé en trois catégories à savoir :

➤ **Les impuretés abrasives** : Elles sont représentées surtout par les grains de quartz enrobés de kaolinite sédimentaire leur élimination est réalisée par un procédé de séparation qui consiste à stabiliser la pulpe du kaolin puis à flocculer sélectivement la kaolinite par un anionique après une activation par des cations.

➤ **Les Impuretés argileuses** : Ce sont les argiles du groupe apparenté à la montmorillonite qui agissent défavorablement sur les propriétés rhéologiques des suspensions aqueuses concentrées en kaolinite.

➤ **Les Impuretés colorantes** : Comportant principalement les oxydes de fer Fe_2O_3 , de titane TiO_2 en plus des matières organiques [24].

II.1.1.6. Traitement Kaolins de Tamazert (KT2, KT 3, KT3B)

- a) **Pré homogénéisation** : L'objectif est d'homogénéiser le kaolin tout-venant des deux qualités **I** et **II** en créant une réserve de capacité plus importante. Le pré homogénéisation consiste à la mise en tas du produit. La reprise se fait par un chargeur à roues desservant les deux tas de pré homogénéisation
- b) **Fragmentation** : Le produit résultant du pré homogénéisation doit être déversée dans une trémie en béton de forme allongée, sous laquelle est installé un extracteur à tablier métallique alimentant le concasseur. De gros morceaux sont retenus par une grille qui disposée au-dessus de la trémie, ou sont cassés à la main ou bien pressées par le chargeur à roues. La fragmentation se fait à l'aide d'un broyeur à double cylindres. Le kaolin issu de la fragmentation à une granularité de 0 à 80 mm avec un taux de 95%.
- c) **Homogénéisation** : Le kaolin tout-venant fragmenté est transporté par une passerelle de transporteurs à courroie, ou il sera récupéré par une trémie réceptrice. Le pivotement se fait dans une colonne centrale par un mécanisme de rotation par l'intermédiaire de la couronne à denture extérieure. Enfin, le stocker dépose la matière en arc de cercle dans la zone sélectionnée.
- d) **Laverie** : La laverie est le cœur de l'unité de traitement de kaolin. Elle va de l'empilage au stockage des produits finis. Comme le montre la figure.II.1



Figure.II.1. L'épaisseur de l'unité de SOALKA EL MILIA, JJEL (photo prise le :16 Avril 2016)

- **Empulpage et classement :** Le produit destiné au traitement est empulpé dans le tambour laveur par addition d'eau industrielle. Le tambour tourne à une vitesse de rotation d'environ 10 Tr/mn pendant dix minutes (10 mn). A la sortie du tambour est disposée un papier-tamis qui retient les grands morceaux de kaolin. A l'étage de cyclonage « SO », un premier classement est réalisé à une coupure d'environ 0,09mm et les particules fines peuvent être éliminées ultérieurement dans les étages de classement et de lavage S_I et S_{II}.
- **Relavage :** Comme certaines pertes de kaolin non définies ne peuvent pas être évitées dans les étages de cyclonage S_I et S_{II}, un relavage doit être obligatoirement réalisé. La sous verse de l'étage S_I qui représente la partie inférieure de l'hydrocyclone est ré diluée à l'eau, puis transportée à l'étage (1), ou on récupère le sous-produit (1). La sur verse de l'étage (1) ainsi que celles de classement S_{II} et S_{III} sont relavées à l'étage (2) pour donner le sous-produit (2).
- **Epaississement :** Après le dernier étage de classement, les pulpes doivent être déshydratées pour subir les traitements tels que la déshydratation pour obtenir la sédimentation du kaolin à grains fins, ceci exige deux épaisseurs circulaire et rectangulaire à grandes surfaces, chacun d'eux est relie à un réservoir qui joue le rôle d'une station de floculation qui alimente la pulpe en substance chimique (floculant). La pulpe épaisie est extraite par des pompes à vis.
- **Déshydratation et séchage des produits KT₂ et KT₃**
Deux catégories de produits qui se distinguent par leur capacité sont :

- **Kaolin KT₂** : Les boues extraites de l'épaississeur sont pressées pour donner un gâteau d'humidité finale de 33%. Le gâteau de kaolin fragmenté passe à travers les tôles perforées, il y a formation des vermicelles trois bandes superposées.
 - **Kaolin KT₃** : La pulpe de kaolin reculée dans l'épaississeur KT₃ subira un traitement identique à celui du kaolin KT₂.
- e) **Blanchiment, déshydratation et séchage du kaolin KT3B** : Dans cette 3^{iem} catégorie de production du kaolin est soumis d'abord au blanchiment, ensuite à la déshydratation et enfin au séchage :

- **Blanchiment**

La suspension de kaolin extraite du réservoir à pulpe est d'abord dirigée dans un tube de mélangeur acidifiée par addition de H₂SO₄ et traitée à l'agent de blanchiment qui est le dithionite de soude (Na₂SO₃). Une fois que le mélange et l'action chimique de l'agent de blanchiment seront achevés, la suspension s'écoule dans un réservoir à pulpe circulaire. Le procédé de blanchiment est entièrement automatisé, il fonctionne sur la base de trois paramètres qui sont : le débit, la densité et le pH. A partir de la suspension de kaolin et de ses données, le calculateur miniature programmable active la pompe à dosage pour l'addition d'acide sulfurique et active l'installation de dosage de l'agent de blanchiment.

- **Déshydratation et séchage**

La pulpe de kaolin blanchi est amenée dans les filtres presses où elle sera déshydratée à une humidité de 33% puis séchée et transformée en vermicelles d'une humidité résiduelle de 10%.

II.1.2. Présentation du kaolin Remblend (RMD) et du kaolin (LPC)

II.1.2.1. Kaolin Remblend (RMD)

L'échantillon de kaolin utilisé dans cette étude a été fourni par Imerys Minerals Ltd. Pour la société de céramique d'el Milia. C'est un produit transformé dérivé d'une grande mine à ciel ouvert près de St. Austell, Cornouailles, Royaume-Uni [26]

La première suspension de kaolin a été générée par le lavage du granite altéré avec un jet d'eau à haute pression. Le sable grossier et les grains plus lourds (mica, feldspath et autres minéraux associés) ont été enlevés par divers procédés combinant la décantation par gravité suivie de la séparation mécanique pour obtenir une suspension d'argile kaolinite riche.

Le kaolin en suspension est ensuite passé à travers des hydrocyclones pour recueillir la fraction inférieure à 63 μm constituée presque exclusivement de la kaolinite. [27]

Les suspensions finales de kaolin ont une teneur en minéraux de l'ordre de 250 g/L et les analyses chimiques utilisant la spectroscopie de fluorescence (XRF) a révélé une faible teneur en fer ($\sim 1,05$ m% Fe_2O_3) et la présence de quelques autres impuretés, comme TiO_2 , K_2O , MgO .

II.1.2.2. kaolin LPC

LPC est broyés sous forme de poudre.il rentre dans la fabrication des produits de céramique d'el Milia. Il est composé principalement de : la silice (SiO_2), l'oxyde de fer (Fe_2O_3), l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3), l'oxyde de titane (TiO_2), l'oxyde de calcium (CaO), l'oxyde de magnésium (MgO), l'oxyde de sodium (Na_2O), l'oxyde de potassium (K_2O).

Tableau.II.1. Analyse chimique de kaolin LPC

Composition chimique	% en poids
(SiO_2)	45,16
(Fe_2O_3)	0,36
(Al_2O_3)	38,21
(TiO_2)	1,77
(CaO)	0,04
(MgO)	0,02
(Na_2O)	0,02
(K_2O)	0,11
PAF	13,51

Conclusion

A la fin de ce chapitre nous avons eu un aperçu sur les produits utilisés durant notre étude, nous avons pu connaître et déterminer l'origine de chaque échantillon ainsi que leurs compositions minéralogiques, chimiques et le traitement des produits avant leur commercialisation.

CHAPITRE III :
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES

Chapitre III : Techniques expérimentales

Introduction

Nous présenterons dans ce chapitre les différentes techniques d'analyse et de caractérisation que nous avons utilisées au cours de notre travail. L'objectif de ce chapitre est donc de présenter l'ensemble de ces techniques expérimentales utilisées.

III.1. Séparation granulométrique d'un minerai brut

Le but recherché par cette manipulation est de classer les particules en fonction de leur taille puis récupérer celle inférieure à 15 μm représentant le Kaolin pure.

Principe : séparation granulométrique par sédimentation selon la loi de Stokes

$$D = [(18 \mu \cdot v) / (\rho - \rho_0) \cdot g]^{0.5}$$

D : diamètre des particules

μ : viscosité du liquide support

V : vitesse de chute des particules cm/s

ρ : Densité des particules g/cm^3

ρ_0 : densité du liquide support g/cm^3

g : gravité cm/s^2

III.1.1. Analyse granulométrique du minerai brut

Pour pouvoir récupérer cette fraction nous avons suivis les étapes suivantes :

- l'échantillon est homogénéisé dans un bac en prenant soin de casser au maximum les agglomérats.
- 100g sont prélevé dans une baquette, est porté à l'étuve pour déterminer l'humidité moyenne de la terre.
- 800g sont prélevé (600g si l'échantillon insuffisant) et rajouter a 200ml d'eau par 100g de terre brut.

1) Coupure à 200 μm sur tamis

- Sur la tamiseuse électrique un tamis de 200 μm propre est installé et un seau à la sortie est prévu pour la récupération des passants.
- La suspension de terre est alors versée lentement dans le centre du tamis en arrosant et lavant avec le jet de la poire en pluie.

- Les inférieures à 200 μm sortent, et sont récupérés dans le seau.
- Les supérieures à 200 μm sont récupérées dans des creusets séchés à l'étuve et pesés.
- D'après ce poids, celui des inférieurs à 200 μm est calculé.
- Les inférieurs à 200 μm sont laissés décanter, et l'eau excédent sera retirée.

2) Coupure par sédimentation

- La fraction < 200 μm est versée dans un bécher de verre de 5 litres ou 3 litres (selon le volume récupéré).
- Le dispersant est ensuite ajouté à raison de 25 ml pour 100g < 200 μm ; pour une agitation de 15mn.
- La température et la hauteur sont relevées (ajuster avec de l'eau), d'après ces relevés, se reporter à la table annexe pour déterminer le temps de sédimentation nécessaire à la coupure à obtenir.
- La suspension est homogénéisée à l'aide d'une baguette de verre et le chronomètre est démarré au moment où on arrête l'agitation, en surveillant la démarcation de coupure qu'elle soit bien nette (sinon manque de dispersant ou concentration trop forte).
- Le temps écoulé, les particules inférieures à la maille choisie sont dans le liquide surnageant.
- Le récupérer aussitôt en versant avec précaution sans créer de remous dans un autre récipient.
- On acidifier à pH= 3.8 - 4 pour neutraliser le dispersant et on filtre.
- Le sédiment sera récupéré dans un creuset et porté à l'étuve et pesé après séchage pour calculer les rendements.
- Chaque fraction granulométrique est conditionnée en sachet nylon et conservée.
- Une analyse complétée sera effectuée sur la coupure.

Le kaolin obtenu nous servira de témoin durant le traitement thermique il aura comme appellation CNT (corps nord de Tamazert).

III.2. Analyse chimique par spectrométrie de fluorescence X « XRF »

Elle est réalisée par spectrométrie de fluorescence X « XRF ». Cette technique est basée sur l'analyse du spectre émis par un échantillon excité par une source primaire de rayons X. Ce spectre dit de fluorescence est caractéristique des éléments atomiques qui composent l'échantillon. C'est une technique d'analyse élémentaire non-destructive de l'échantillon. Cette méthode permet la détermination de la composition élémentaire de l'échantillon de manière qualitative et quantitative, La technique d'analyse comprend deux parties :

- Une source d'excitation provoquant l'émission d'un spectre de rayon X caractéristique de la composition de l'objet.
- Un détecteur et un analyseur de rayonnement identifiant et quantifiant les intensités des raies composant le spectre. [28]

III.3. Analyse minéralogique par la diffraction des rayons X (DRX)

Elle a été réalisée par la diffraction des rayons X, cette analyse constitue une des techniques la plus utile et la plus répandue pour l'identification des minéraux argileux.

Tout corps cristallisé peut être analysé par DRX : un faisceau de rayons X est diffracté sur un réseau de plans cristallins selon la loi de Bragg.

L'application de ces méthodes aux matériaux argileux est rendue délicate à cause de la grande variabilité de la composition chimique et de la structure de ces matériaux. Cette variabilité affecte non seulement les intensités diffractées mais aussi le choix des minéraux de référence.

III.3.1. DRX et cristallinité des kaolinites

Les minéraux argileux comportent généralement des défauts cristallins. Par exemple, dans la nature, les kaolinites existent sous des formes allant de très bien cristallisées à très désordonnées.

Les diffractogrammes des poudres de la Figure II.1, indiquent l'influence de l'état cristallin sur la forme des raies de diffraction caractéristiques de la kaolinite : des raies intenses et fines deviennent diffuses, et mal résolues, avec l'augmentation du désordre structural et des défauts d'empilement des feuillets de la kaolinite.

Les propriétés physico-chimiques des kaolinites sont fortement dépendantes de la nature et de la quantité de défauts. De nombreuses relations empiriques ont été établies afin d'estimer ce désordre cristallin. Elles sont basées sur l'intensité, la hauteur et la forme des pics de diffraction des bandes (hk0). Lorsque le désordre cristallin augmente dans le plan (a, b), les raies correspondantes deviennent plus larges et leurs intensités diminuent. Elles peuvent même constituer des ensembles sans pics distincts.

L'indice de cristallinité le plus utilisé est celui décrit par Hinckley, sensible à l'ensemble des défauts présents dans le plan (a, b), il est défini à partir des pics des bandes (02l) et (11l) figure II.2 en utilisant l'expression :

$$HI = (A+B) / At$$

A et B sont les hauteurs respectives des réflexions (1 1 0) et (1 1 1) par rapport au bruit de fond local des bandes (02l) et (11l) et At est la hauteur du pic (1 1 0) mesuré à partir du fond continu existant en dehors de ces bandes.

Il est prouvé qu'une relation existe entre l'évolution de l'indice de Hinckley d'une kaolinite et l'augmentation du nombre de défauts structuraux dès lors que tous les diffractogrammes sont enregistrés sur le même appareil et dans les mêmes conditions. [29]

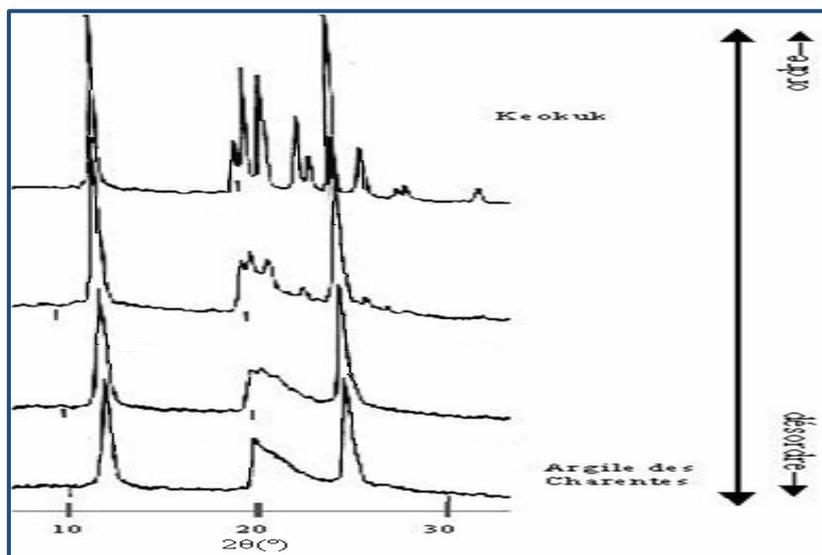


Figure.III.1. Diffractogrammes des différentes argiles montrant l'évolution de la Cristallinité de la kaolinite. [29]

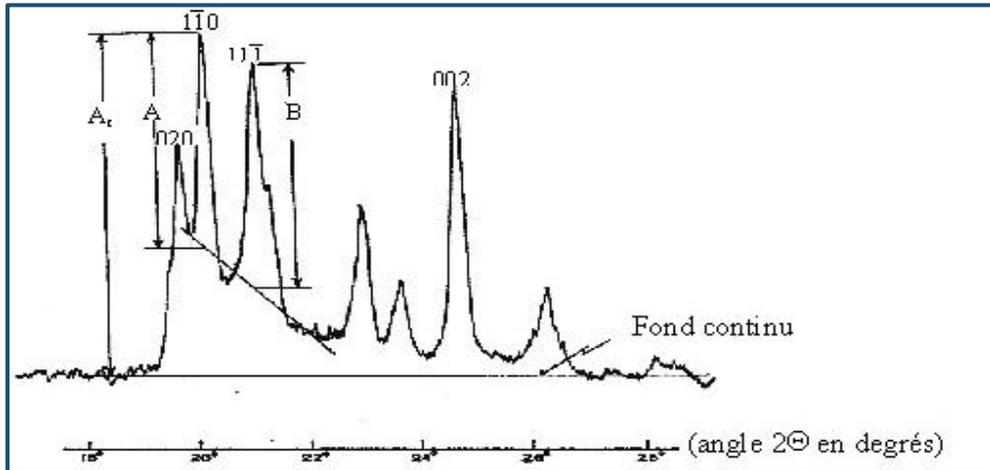


Fig. III.2. Définition des paramètres A, B et A_t utilisés pour calculer l'indice de Hinckley D'une kaolinite. [29]

III.4. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie IR est une analyse complémentaire pour les silicates, l'avantage de cette technique est la mise en œuvre d'un caractère dioctaédrique et trioctaédrique.

L'analyse aux rayons spectroscopie infra-rouge donnée par des groupes IR étudie l'absorption d'un rayonnement de fréquence donnée par des groupes d'atomes vibrant selon la même fréquence. L'identification des nombreux modes de vibration d'un cristal se heurte à de grandes difficultés, et l'on se contente d'attribuer certaines bandes d'absorption du spectre à des groupements atomiques particuliers [30].

III.5. Analyse de la couleur par colorimétrie

III.5.1. Définition de la couleur

La couleur d'un objet résulte de l'interaction de la lumière avec cet objet. La lumière est composée de rayonnements électromagnétiques dans une gamme relativement étroite de longueur d'onde sensiblement comprise entre 380 et 780 nm. La lumière blanche naturelle est composée d'un ensemble de spectre comme on le voit sur la figure II.3. S'il manque une ou plusieurs bandes de longueur d'onde, l'œil interprète les longueurs d'onde restant en termes de couleur (teinte). Lorsque la lumière pénètre dans un objet, plusieurs cas de figure peuvent se présenter :

- La lumière est totalement absorbée, et l'objet est noir

- La lumière est partiellement absorbée. Les longueurs d'onde non absorbées donnent la couleur de l'objet
- La lumière n'est pas absorbée et l'objet est transparent.

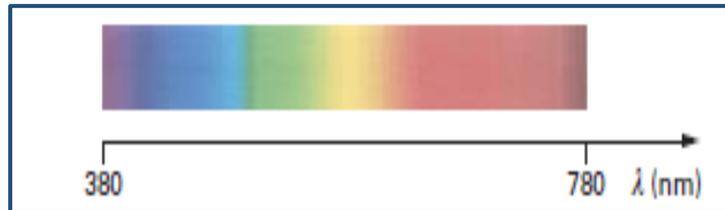


Figure II.3. Domaine du visible.

La couleur d'un objet est parfaitement et totalement définie par son spectre de réflectance, courbe représentant les intensités réfléchies par l'objet éclairé par une source donnée pour toutes les longueurs d'onde du domaine visible. (Cependant ces spectres de réflectance sont difficiles de manipulation).

III.5.2. Les attributs de la couleur

La couleur d'un objet est déterminée suivant trois critères ou attributs, teinte, luminosité et saturation qui seront utiles dans le cadre d'une mesure colorimétrique

- **La teinte (hue) :** est liée à la longueur d'onde réelle sur le spectre visible, et définit donc le nom de la couleur de l'objet. Nous utilisons cette notion de teinte pour exprimer en colorimétrie le nom de la couleur qui est employé quotidiennement par chacun d'entre nous. L'ensemble de ces teintes peut être représenté sur un cercle, appelée cercle des couleurs.

- **La luminosité ou la clarté (value) :** pour chacune de ces teintes, peut varier du sombre au clair. Elle est déterminée par un pourcentage de lumière réfléchi par l'objet coloré. Nous verrons que certaines couleurs sont par nature plus sombres que d'autres (par exemple, le rouge est plus sombre que le vert, qui est la couleur pour laquelle l'œil est le plus sensible). La mesure de ce paramètre peut être effectuée indépendamment de la teinte de l'objet coloré.

- **La saturation (chroma) :** fait intervenir la notion de pureté d'une couleur. Une couleur ayant une teinte précise sera désaturée si celle-ci est associée à un gris possédant une luminosité identique. Cette notion de saturation est indépendante des deux précédentes.

III.5.3. Perception et mesure de la couleur

Tout se passe comme si l'œil percevait la lumière à travers trois filtres centrés sur le rouge, le vert et le bleu. Les caractéristiques de ces filtres ont été déterminées par la Commission Internationale de l'Eclairage (CIE) à partir d'une expérimentation qui a permis de définir un « observateur standard ». La combinaison de ces trois couleurs permet d'obtenir la totalité des couleurs « de l'arc en ciel ». On appelle tristimulus les composantes X, Y et Z correspondant à ces trois filtres. A partir de ces valeurs il est possible de définir divers espaces colorimétriques plus faciles d'emploi que les données brutes d'un spectrocolorimètre [31]

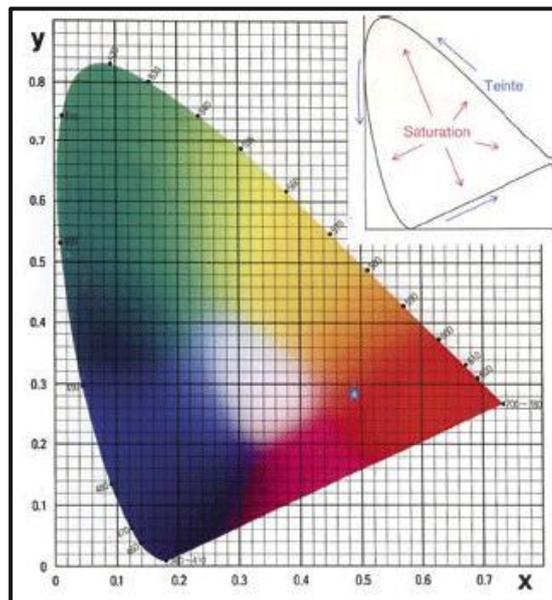


Figure.III.4. Représentation de l'espace colorimétrique CIE X Y Z 1931. [31]

En 1931 la CIE propose un espace de représentation des couleurs X Y Z qui permet de représenter l'ensemble des couleurs en deux dimensions. x et y sont définis à partir des données X Y et Z. Figure.III.4.

Un des principaux problèmes de l'espace couleur X Y Z est que les différences de couleur observables sur le graphique ne correspondaient pas aux écarts de couleur perçus par l'œil.

En 1976, la C.I.E. a mis en place un espace couleur appelé CIE L*a*b*, qui est actuellement très utilisé pour la mesure des couleurs.

L'espace CIE L*a*b* intègre les trois attributs de la couleur dans ses formulations. Les coordonnées de chromaticité a* et b* représentent des axes de couleurs. La coordonnée a* définit l'axe rouge/vert (+a* et -a*), et b* représente l'axe jaune/bleu (+b* et -b*). La saturation

augmente au fur et à mesure que l'on s'éloigne du centre du diagramme. Cet espace couleur est donc tridimensionnel et uniforme (dit pseudo-uniforme) [32]. Figure III.5.

Les valeurs $L^*a^*b^*$ sont calculées à partir de leurs tristimulus $X_n Y_n Z_n$.

- $L^*=116(Y/Y_n)^{1/3}-16$
- $a^*=500[(X/X_n)^{1/3} - (Y/Y_n)^{1/3}]$
- $b^*=200[(Y/Y_n)^{1/3} - (Z/Z_n)^{1/3}]$

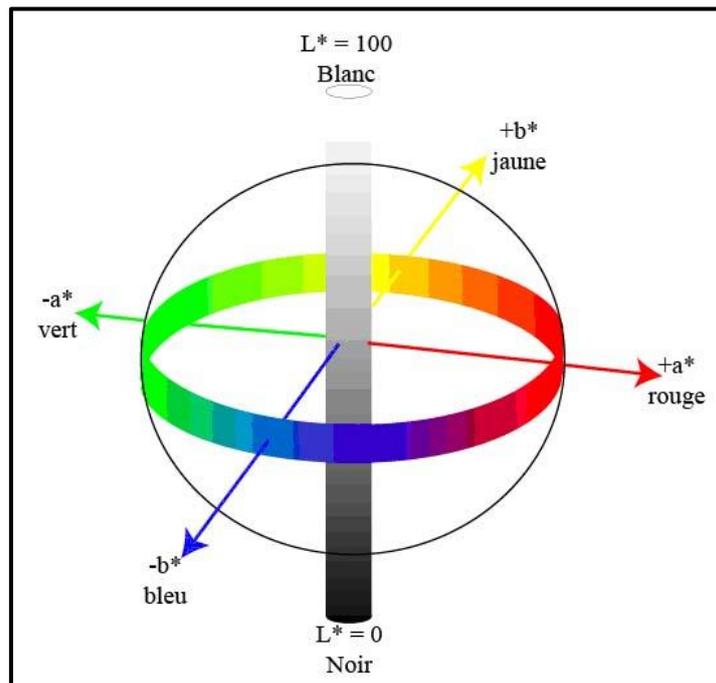


Figure III.5. Représentation colorimétrique du système $L^*a^*b^*$ [32]

III.5.4. Instrumentation et méthodes de mesure

L'instrument utilisé pour la quantification des paramètres de couleur $L^*a^*b^*$ de nos différents échantillons, kaolins crus et cuits (pastilles) à différentes températures (700 °C- 1000 °C) est un colorimètre de type ISO 9001 (COULEUR PRECISE LECTEUR TCR200).

TCR200 est un instrument sensible à la lumière principalement appliquée pour le contrôle de la qualité dans le domaine du plastique, la peinture, la conception, le placage, costume, l'impression et la teinture. Il fonctionne bien pour les comparaisons de routine de couleurs similaires et certaines fonctions avancées pour l'analyse des couleurs peuvent être accompli figure III.6.

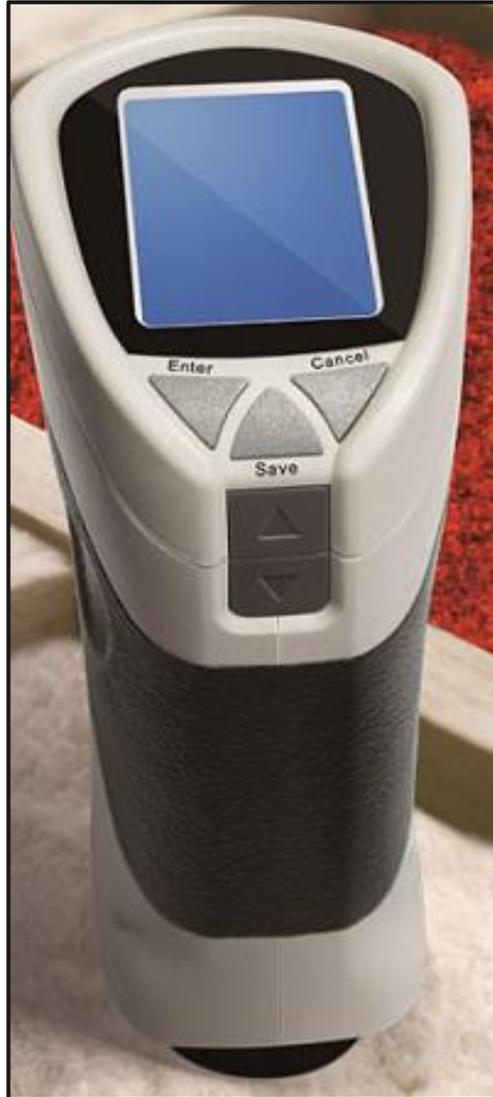


Figure III.6. Colorimètre pour mesurer la couleur dans le système $L^*a^*b^*$. (Photo prise : le 16 juin 2016)

III.6. Méthodes expérimentales

III.6.1. Préparation de l'échantillon

- La première étape consiste à un broyage mécanique des échantillons par un broyeur à disque vibrant et un broyage manuel à l'aide d'un mortier.
- La deuxième étape est le tamisage dans une série de tamis AFNOR de 500-250-125 et 63 μm .
- La fraction de 63 μm sera destinée pour les analyses ainsi que pour la suite de la manipulation (préparation des pastilles).

III.6.2. Préparation des pastilles

Six grammes (6g) de chaque échantillon des différents kaolins sont pesés et humidifiés avec de l'eau distillée dans un creuset en porcelaine pour former une pâte de manière à pouvoir façonner manuellement des pastilles de forme circulaire ayant une surface plane et de diamètre de 25mm, puis pesées et séchées à l'étuve à 105°C pendant 24h.



Figure III.7. Pastilles élaborées pour la cuisson.

III.6.3. Mode opératoire

Une fois que le façonnage des pastilles de kaolin est achevé, ces dernières sont mises séparément dans des creusets en porcelaine et portées dans un four à moufle de marque Nabertherm modèle LE/2/11/R6 de température maximum de 1100°C.

Notre échantillon qui est composé de six différents kaolins CNT, KT2, KT3, KTB, LPC, RMD sera cuit à une température allant de 700 jusqu'à 1000°C pour une durée de 15, 30,45 et 60 minutes successive ou la couleur est quantifiée après chaque période de temps écoulé.

III.6.3.1. La cuisson

Les six pastilles sont tous d'abords cuites à une température de 700°C pendant une durée de 15min. Une fois sorties du four et pesées leur couleur est alors quantifiée à l'aide du colorimètre. On notera le code L*a*b pour cette durée à cette température. On procède par la même manière en ce qui concerne la durée de 30min, 45min, et 60 min à la même température (700°C). La même manipulation sera refaite pour 800°C ,900°C, 1000°C.

De ce fait on aura à déterminer la couleur de chaque produit pendant un temps donné à une température donnée.



Figure.III.8. Four à moufle Nabertherm modèle LE/2/11/R6.

III.6.3.2. Mesure de la couleur

La détermination de la couleur comme on la mentionné au pare avant est faite à l'aide du colorimètre Figure III.6. On a porté les pastilles après chaque sortie du four et pesé sur une surface plane et propre sous une lumière ajusté, l'appareil est posé verticalement sur la pastille et la calibration et réalisée, sur l'écran du colorimètre on a pu lire les codes $L^*a^*b^*$ spécifique pour chaque couleur. Les résultats de l'expérience sont portés dans le tableau IV.6

III.7. Analyse par spectrophotométrie UV (dosage d'oxyde de fer)

III.7.1. Définition

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée, généralement en solution. Plus l'échantillon est concentré, plus il absorbe la lumière dans les limites de proportionnalité énoncées par la loi de Beer-Lambert.

La densité optique des échantillons est déterminée par un spectrophotomètre préalablement étalonné sur la longueur d'onde d'absorption de la substance à étudier.

III.7.2. Spectrophotomètre

Un spectrophotomètre mesure l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée. Un dispositif monochromateur permet de générer, à partir d'une source de lumière visible ou ultraviolette, une lumière monochromatique, dont la longueur d'onde est choisie par l'utilisateur.

La lumière monochromatique incidente d'intensité I_0 traverse alors une cuve contenant la solution étudiée, et l'appareil mesure l'intensité de la lumière transmise. La valeur affichée par le spectrophotomètre est l'absorbance à la longueur d'onde étudiée. [33]

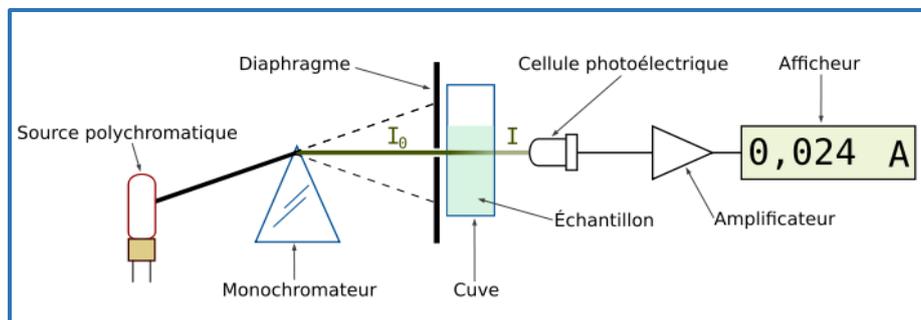


Figure III.8. Principe du spectrophotomètre UV-visible mono faisceau. [33]

III.7.3. Dosage d'oxyde de fer

III.7.3.1. Technique expérimentale

Afin de procéder au dosage par la spectrophotométrie UV il est indispensable de mettre en solution les différents kaolins.

1) Mise en solution du produit

a. Matériels utilisés

- Kaolins en poudre
- Acide chlorhydrique (HCl) à 30%.
- Eau distillée
- Bêchers
- Centrifugeuse
- Fioles jaugée

- **Pour les kaolins nos cuits**

- 100 mg des différents kaolins sont pesés et déposés séparément dans des bécher
- Sous la haute 10 ml d'HCl est ajouté. Et laissé pendant 30 min.
- A l'aide d'une centrifugeuse, la solution préparée est centrifugé a 3000 tr/min pendant 10min
- La solution surnagent est récupérée, et mise dans une fiole jaugée
- Le culot est remis dans 5ml d'eau distillé et centrifugé
- Le surnagent est alors récupéré et ajouté au premier dans la fiole jaugée et y ajouté 20ml d'eau distillée

- **Pour les kaolins cuits**

Nos kaolins cuits sont sous forme de pastilles, afin de pouvoir doser le fer ces dernières sont concassées et broyées à l'aide un mortier manuel. Puis mises en solution comme il a été mentionné au pare avant

2) *Préparation de la solution de dosage*

a. Réactifs utilisés

- Phenantroline
- Acide acétique CH_3COOH
- L'eau distillée

Dans un bécher sont prélevés :

- Pour la solution à tester : 3ml de Phenantroline,
- 3ml d'acide acétique et
- 3ml d'eau distillé,
- 3ml de la solution contenant l'échantillon

Pour la solution de blanc :

- 3ml de Phenantroline,
- 3ml d'acide acétique et
- 3ml d'eau distillé.

3) *Mesure de l'absorbance*

A l'aide du spectrophotomètre teste la solution de blanc pour la valeur de $\lambda = 510$ nm, puis la solution à étudier les résultats obtenus sont porté tableau IV.5

Conclusion

Ce chapitre nous a permis de présenter l'essentiel des méthodes et techniques d'analyse utilisées dans cette thèse, en effet ces méthodes concernent les caractérisations chimique, thermique et colorimétrique.

Ces kaolins ont subi (au laboratoire) une préparation mécanique pour obtenir l'ensemble à une fraction $< 63 \mu\text{m}$ choisie comme étant la fraction de départ pour les différentes étapes de caractérisation.

Chapitre IV :
INTERPRETATION
ET DISCUSSION
DES RESULTATS

Chapitre IV : Interprétation et discussion des résultats

Introduction

A travers ce dernier chapitre nous présenterons tous les résultats de l'expérience menée lors de cette étude ainsi que leurs interprétations, les analyses effectuées à savoir : la spectrométrie de fluorescence X « XRF », la diffraction des rayons X (DRX), analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), additionné au traitement thermique (cuisson des pastilles) et le dosage d'oxyde de fer par l'analyse spectrophotométrie d'absorbances UV , clôturée par la quantification de la couleur de nos produits.

IV.1. Analyse chimique

La composition chimique d'une kaolinite pure se présente généralement sous deux aspects, déshydratée de formule $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, ou sous sa forme hydratée de formule $2\text{SiO}_2.\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{H}_2\text{O}$ exprimée en pourcentage massique d'oxyde correspondant à :

$\text{SiO}_2 = 46,50 \%$; $\text{Al}_2\text{O}_3 = 36,53 \%$; $\text{H}_2\text{O} = 13,95 \%$ et $(\% \text{SiO}_2 / \% \text{Al}_2\text{O}_3) = 1,17 \%$.

Les analyses chimiques réalisées sur les différents kaolins effectuées au niveau de l'ORGM¹ au sein du département des laboratoires et valorisation sont données dans Tableau IV.1

Tableau IV.1 Compositions chimiques pondérale des différents kaolins.

			CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
Analyse chimique	% en poids	SiO_2	49,90	49,30	48,50	48,60	45	48,7
		Al_2O_3	33,60	33,00	33,90	33,90	38,21	35,8
		Fe_2O_3	2,22	2,5	2,50	0,90	0,36	1,05
		TiO_2	0,31	0,24	0,21	0,21	1,77	0,08
		CaO	0,07	0,08	0,08	0,06	0,04	0,06
		MgO	0,22	0,40	0,39	0,80	0,02	0,25
		K_2O	3,18	2,75	2,75	2,70	0,11	1,94
		Na_2O	0,39	0,09	0,08	0,08	0,02	0,07
		P.A.F	10,68	10,50	10,60	11,80	13,51	12,00
		$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	1,48	1,49	1,46	1,43	1,35	1,36

¹ ORGM : Office National de Recherche Géologique et Minière.

Les échantillons RMD et LPC se distinguent par leurs fortes teneurs en Al_2O_3 leur valeur respective sont 35,8 et 38,21 %.

Les kaolins de Tamazert CNT, KT2, KT3 se distinguent par leurs fortes teneurs en Fe_2O_3 et K_2O , pour les kaolins KT3B, RMD, LPC la teneur en Fe_2O_3 est non négligeable. Ils montrent aussi une perte au feu (P.A.F) relativement faible. [34]

L'oxyde de titane TiO_2 est présent dans tous les échantillons mais en teneur plus importante dans LPC (1,77%). On constate aussi qu'ils renferment des teneurs négligeables en CaO .

Le rapport (silice/alumine) des kaolins RMD, LPC se rapproche de la valeur théorique d'une kaolinite pure, les valeurs élevée pour KT2, KT3 et CNT sont liées probablement à la présence de silice libre par ce que les teneurs de Al_2O_3 diminuent avec l'augmentation des teneurs en silice, en leur sein. [34]

IV.2. Analyse minéralogique DRX

La diffraction aux rayons X a été utilisée pour identifier les différents minéraux constituant nos kaolins, L'essai a été effectué au niveau de l'ORGM au sein du département des laboratoires et valorisation.

Les échantillons sont préalablement séchés, broyés, est placés sur un porte échantillon dans le diffractogrammes XPERT-PRO puis ils sont soumis à un faisceau de rayons X. le faisceau est diffracté suivant un angle de réflexion θ .

A l'aide du logiciel DATA COLLECTOR, High Score le diffractogrammes des échantillons étudiés révèle la présence de la kaolinite, de quartz, et de la muscovite, où les minéraux prépondérants sont la muscovite et le quartz pour les kaolins CNT, KT2, KT3, KT3B, accompagné d'une teneur plus faible en kaolinite. Concernant les kaolins LPC et RMD dont la composition est de seulement en kaolinite et en muscovite

La diffraction des rayons X (DRX) nous a permis de caractériser les phases minéralogiques présentes dans les kaolins non cuits et de préciser la nature des minéraux argileux.

Les spectres de diffraction des rayons X des phases des échantillons de kaolin sont les suivants :

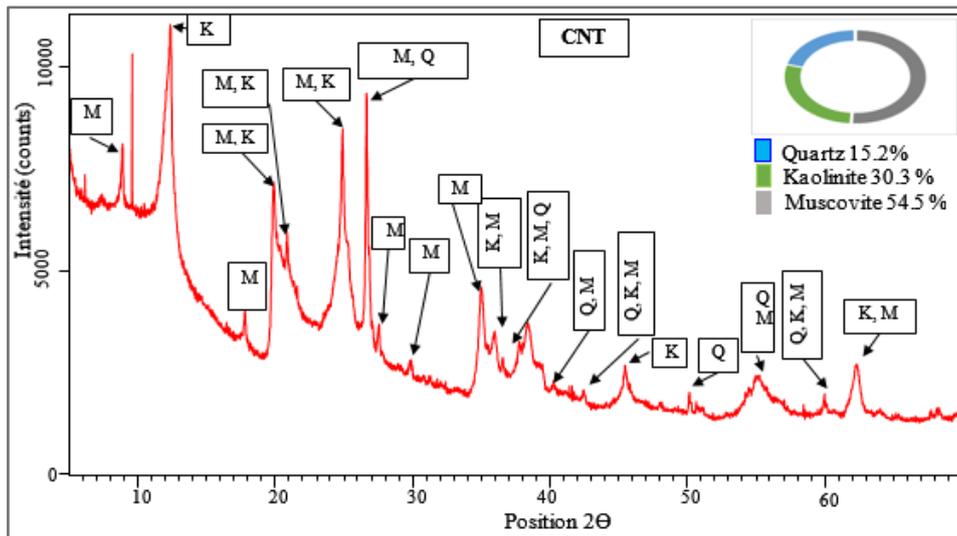


Figure IV.1. Analyse diffraction X de kaolin CNT.

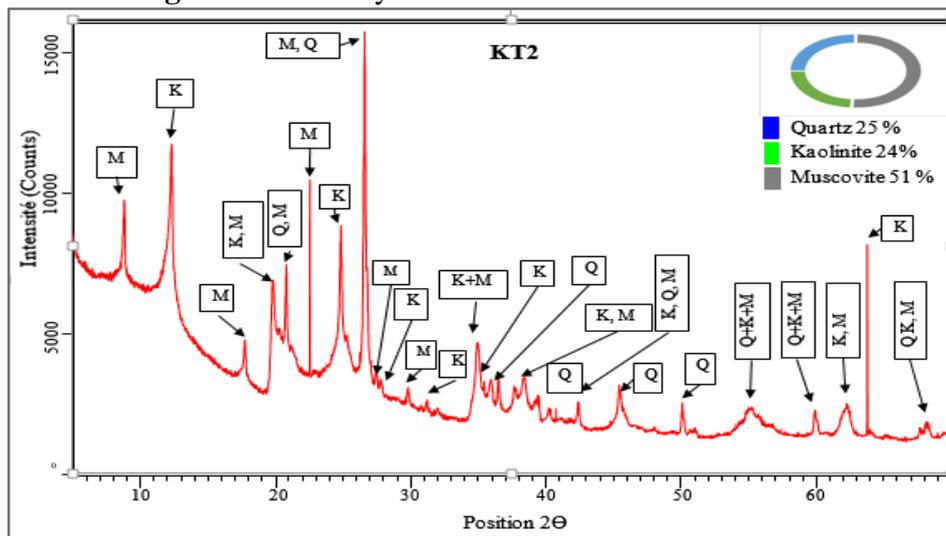


Figure IV.2. Analyse diffraction X de kaolin KT2.

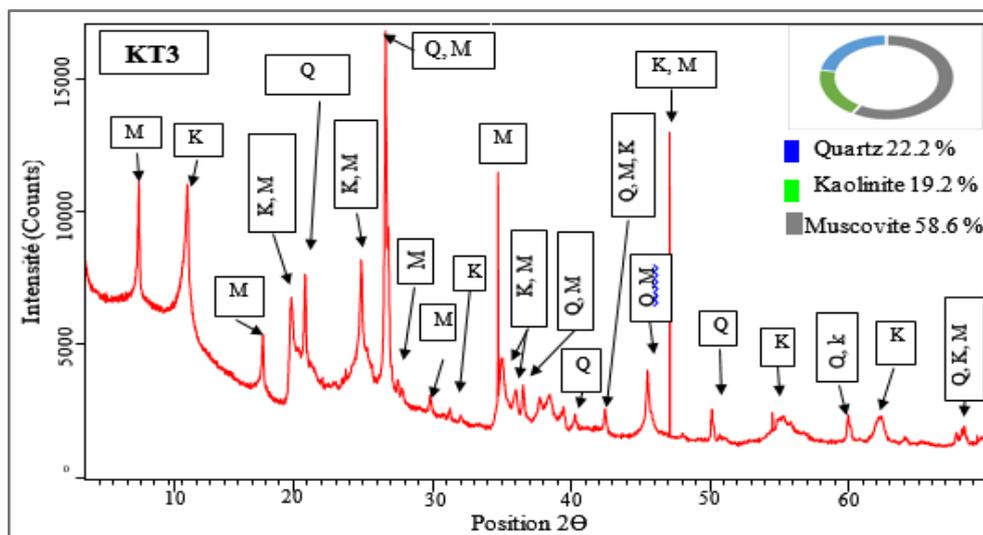


Figure IV.3. Analyse diffraction X de kaolin KT3.

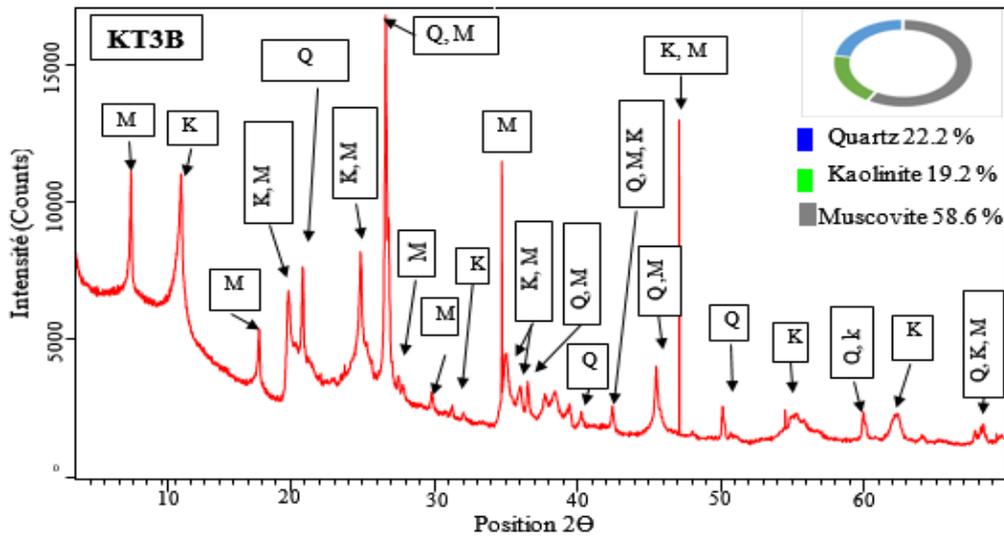


Figure IV.4. Analyse diffraction X de kaolin KT3B.

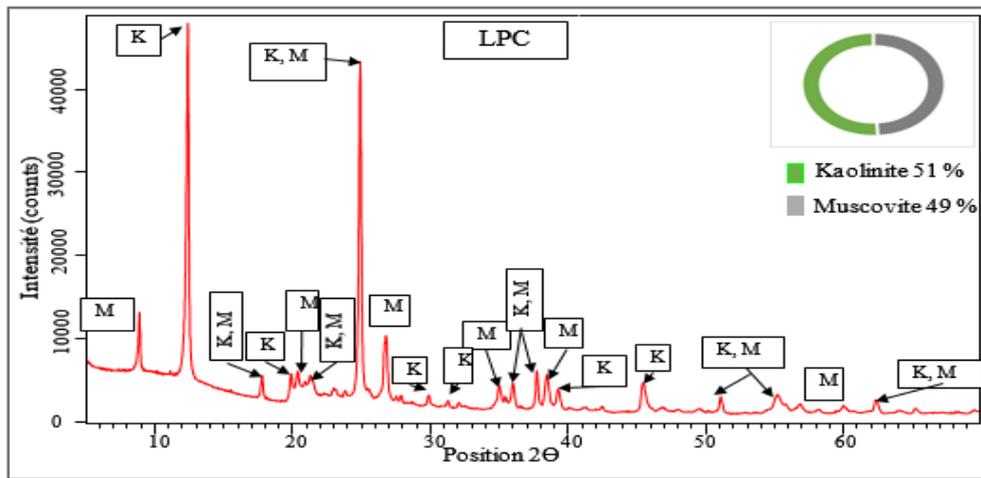


Figure IV.5. Analyse diffraction X de kaolin LPC.

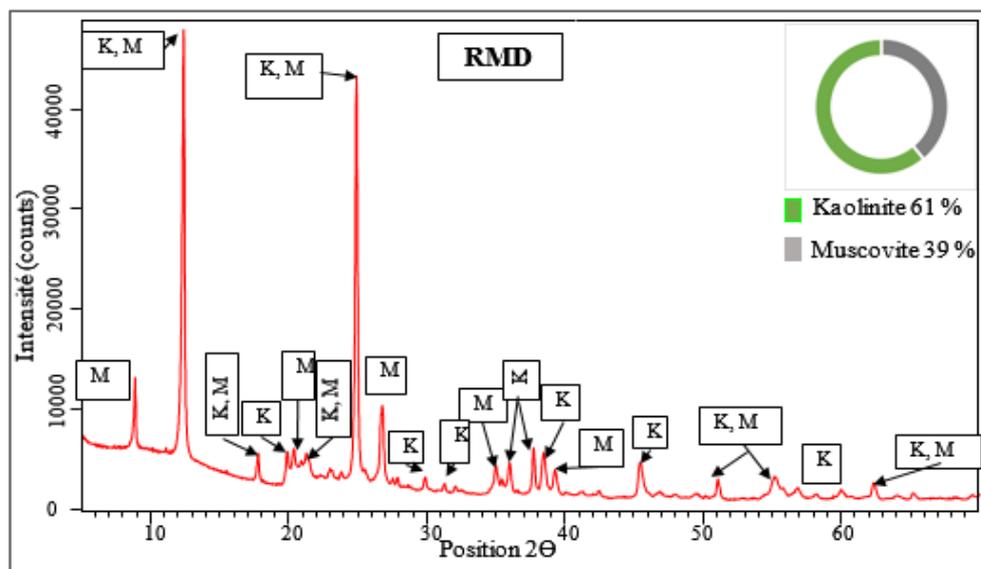


Figure IV.6. Analyse diffraction X de kaolin RMD.

La fiche STM montre et définit la position et la valeur de tous les pics qui sont déterminés par l'analyse DRX des six kaolins à étudier annexe 5.

Tableau IV.2 Les phases minéralogique décelées par diffraction X des différents kaolins.

Phases minéralogiques	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
Kaolinite %	30,3	24	19,2	19,2	51	61
Quartz %	15,2	25	22,2	22,2	-	-
Muscovite %	54,5	51	58,6	58,6	49	39

IV.3. Analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les spectres infrarouges avant et après la cuisson, représentés par les figures ci-dessous pour les différents kaolins CNT, KT2, KT3, KT3B, LPC et RMD respectivement. Ces spectres sont divisés en 2 zones principales.

- La première zone correspond aux bandes de fréquences élevées situées entre 3700-3400 cm/1.
- La seconde zone correspond aux fréquences plus faibles situées dans la zone des 1500-400 cm/1.

Les grandes fréquences concernent les vibrations des hydroxyles O-H, en revanche les bandes des petites fréquences (partie à droite) concernent les liaisons Al-OH, Si-O, Si-O-Si et Si-O-Al. Les valeurs des pics (cm⁻¹) et groupements fonctionnels correspondants observés pour les kaolins sont résumées dans le tableau IV.3. [30]

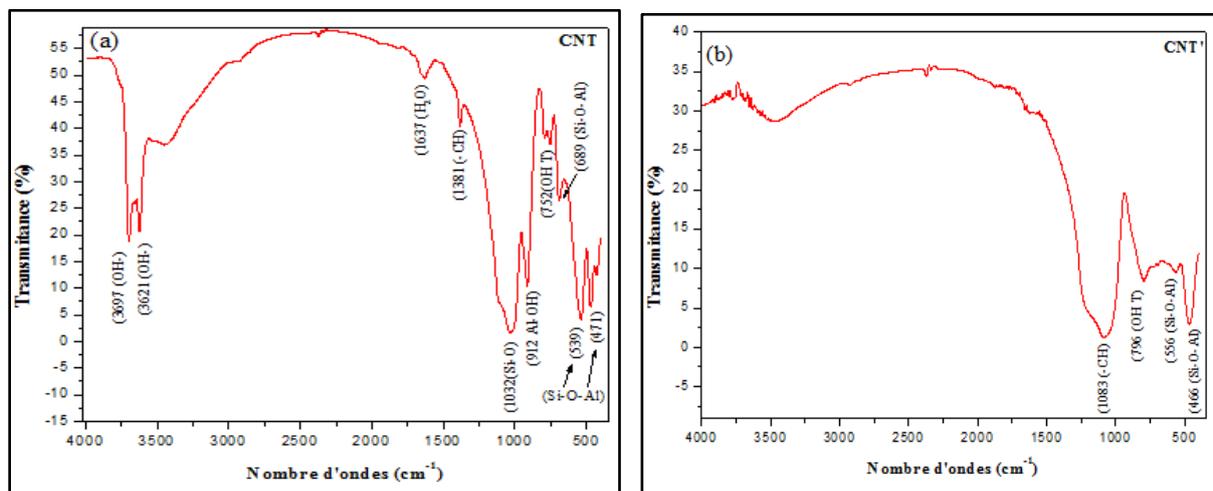


Figure IV.7. Spectre IR de kaolin CNT (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.

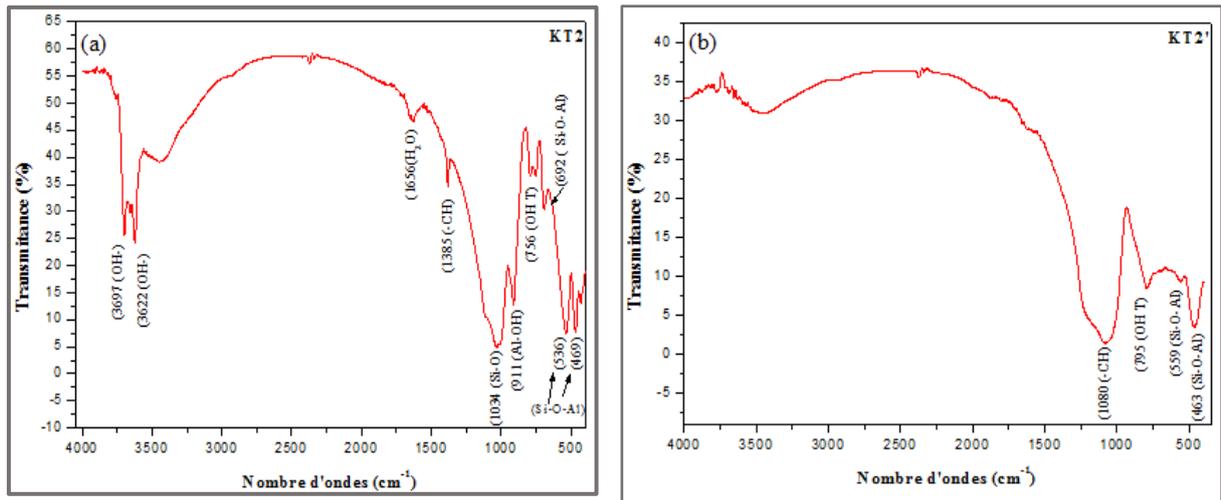


Figure IV.8. Spectre IR de kaolin KT2 (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.

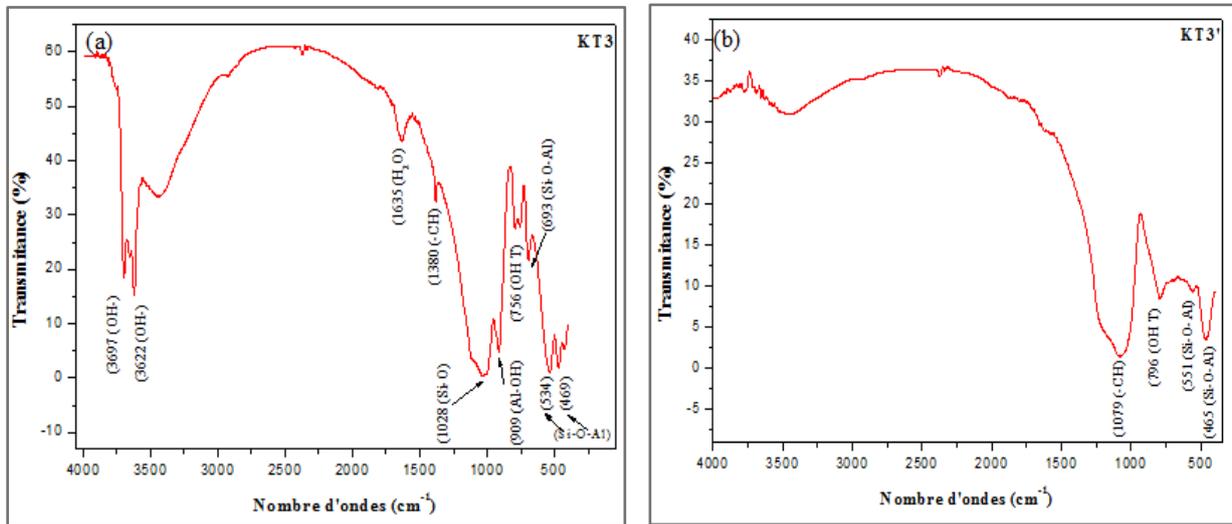


Figure IV.9. Spectre IR de kaolin KT3 (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.

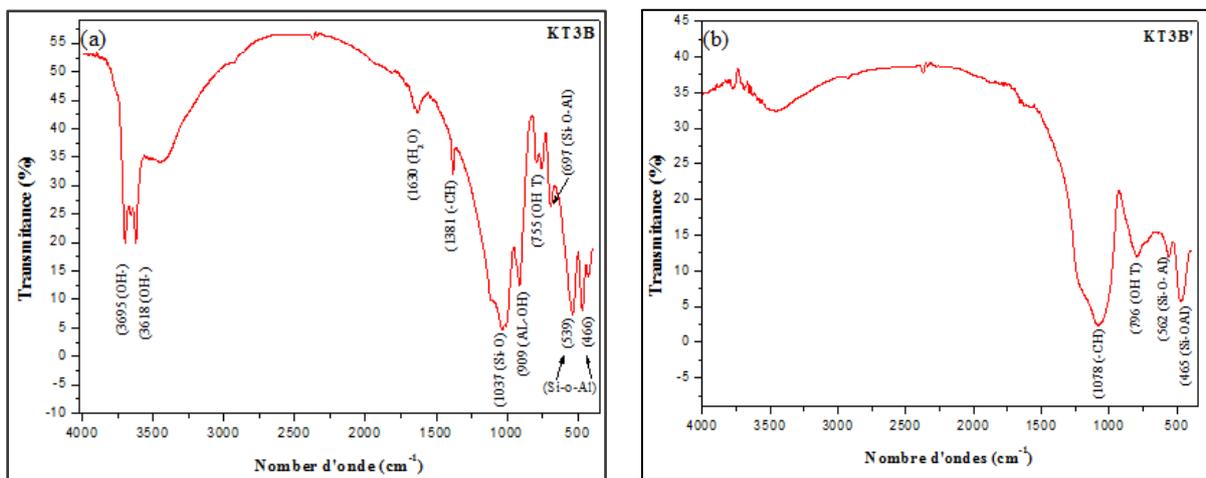


Figure IV.10. Spectre IR de kaolin KT3B (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.

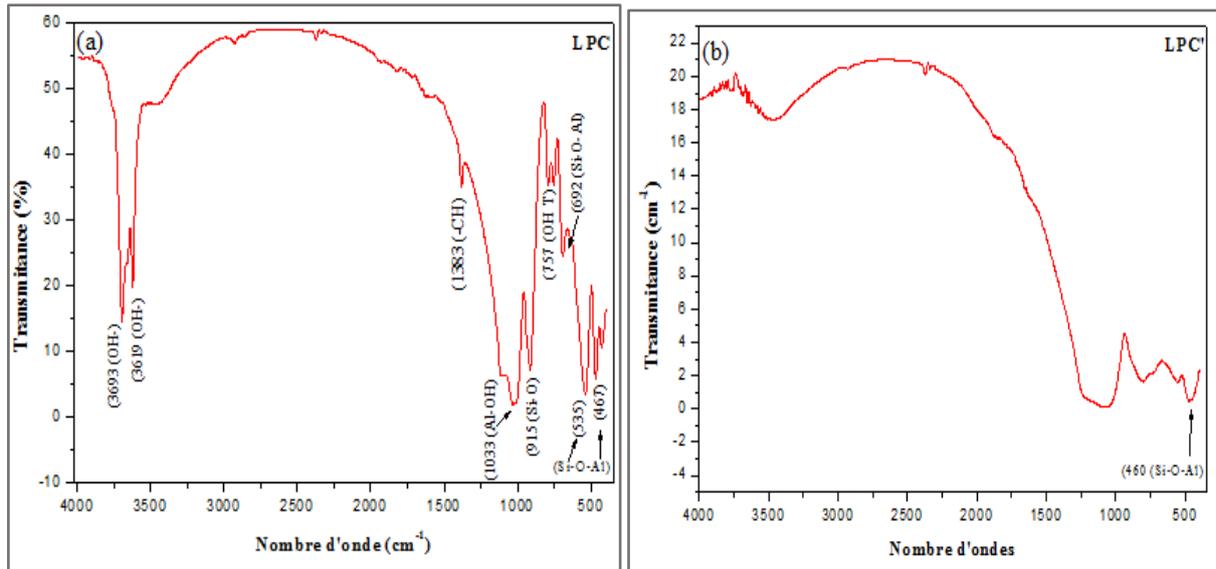


Figure IV.11. Spectre IR de kaolin LPC (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.

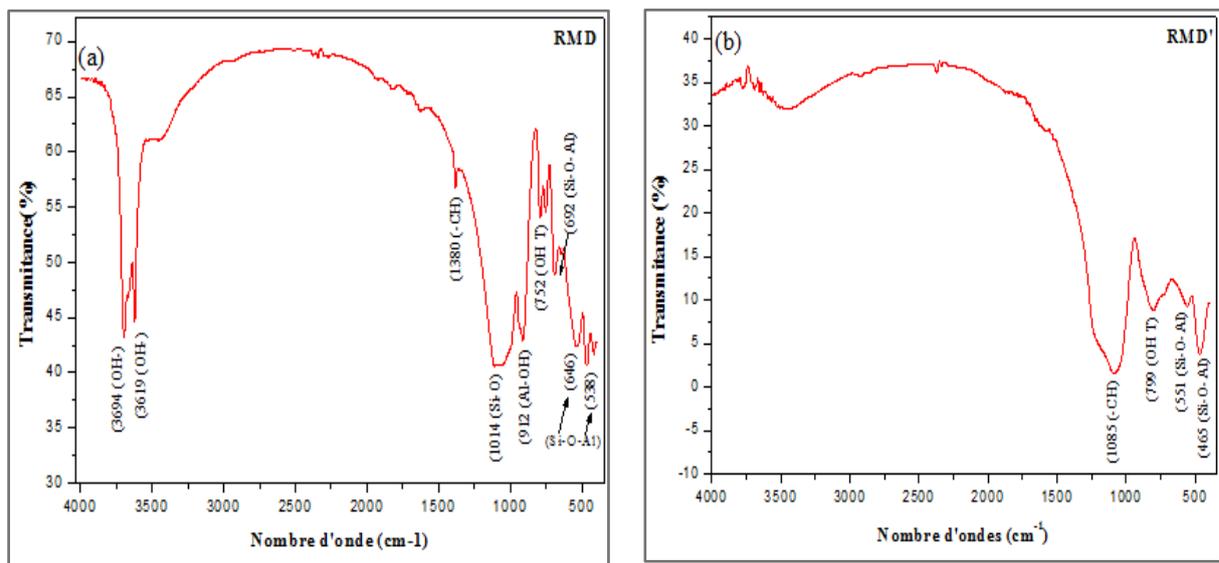


Figure IV.12. Spectre IR de kaolin RMD (a) avant la cuisson, (b) après la cuisson.

Dans la première zone se trouvent les vibrations de valence des groupements OH. Les bandes d'absorption centrées sur les fréquences dans l'intervalle $3693 - 3697 \text{ cm}^{-1}$ (OH externes) et dans l'intervalle $3618 - 3622 \text{ cm}^{-1}$ (OH interne), qui sont présentes pour tous les kaolins, Par ailleurs les intensités des groupements hydroxyles se différencient d'un kaolin à un autre et cela avant la cuisson de nos produits ; alors que ces bandes disparaissent complètement après la cuisson.

Avant le traitement thermique, de larges bandes d'absorption de faible intensité centrées autour de l'intervalle $1630-1656 \text{ cm}^{-1}$ sont attribuées à des molécules d'eau (H_2O) ou

éventuellement aux autres radicaux constitutifs des aluminosilicates amorphes. L'existence de ces bandes est dans tous les matériaux analysés à l'exception des kaolins LPC et RMD (l'eau d'hydratation étant déjà évacuée lors du chauffage pendant la préparation des échantillons). En revanche la disparition de ces bandes pour tous les kaolins n'est remarquable après la cuisson. [28]

Dans l'intervalle 1380-1385 les bande d'absorption sont attribuées à l'élongation de la liaison –CH présente dans tous les échantillons avant la cuisson et absente après analyse sur les échantillons cuits.

La bande d'absorption dans l'intervalle 1015 - 1037 cm^{-1} correspond à l'élongation de la liaison Si-O et à la liaison par étirement antisymétrique de Si-O-Si. [33]

Les vibrations de déformation de la liaison Al-OH sont localisées à 909 et 915 cm^{-1} uniquement pour les kaolins non cuits.

D'après Russel et Fraser, les deux bandes d'intensité faible et pratiquement égale, situées entre 796 cm^{-1} et 752 cm^{-1} observées pour tous les échantillons indiquent la présence de kaolinite.

Les résultats obtenus sont résumés dans les tableaux IV.3 et IV.4

Tableau.IV.3. Les Valeurs des pics (cm^{-1}) et groupements fonctionnels correspondants observés pour les différents kaolins avant la cuisson.

Kaolins	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
Hydroxyles	3697	3697	3697	3695	3693	3694
OH-	3621	3622	3622	3618	3619	3619
H₂O	1637	1656	1635	1630	/	/
-CH	1381	1385	1380	1381	1383	1382
Si-O	1032	1034	1028	1037	1033	1014

Al-OH	912	911	909	909	915	912
OH	791	793	793	796	794	793
Translation	752	756	756	755	757	752
Si-O-Al	689	692	693	697	692	692
Déformation	539	536	534	539	535	646
	471	469	469	466	467	538

Tableau IV.4. Valeurs des pics (cm-1) et groupements fonctionnels correspondants observés pour les différents kaolins après la cuisson.

Kaolins	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
-CH	1083	1080	1079	1078	/	1085
OH						
Translation	796	795	793	796	/	799
Si-O-Al	556	559	554	562	460	551
Déformation	466	463	460	465		465

IV.4. Discussion des résultats de l'analyse par spectrophotométrie UV (dosage d'oxyde de fer)

Nous disposons à présent d'une douzaine d'échantillons destinées pour l'analyse par spectrophotométrie, dont six kaolin n'ayant subi aucun traitement thermique (cuisson) et six obtenu après la cuisson, la méthode du dosage du fer au niveau de ces derniers a pour but de

détecter la présence de l'éléments fer dans nos produits et d'estimer le changement relative liés à la leur cuisson

L'analyse par spectrophotométrie nous a donnée pour chaque kaolin une valeur de l'absorbance qui nous permettra par la suite déterminer l'impact de la cuisson sur l'élément fer représenté comme impureté influençant sur la couleur de nos kaolins [17]. Les résultats de l'analyse sont donnés par le tableau.IV.5

Tableau.IV.5. Absorbance par spectrophotométrie des kaolins a l'état naturel et après cuisson.

Echantillons	Valeur de l'absorbance (ABS)	
	Avant la cuisson	Après la cuisson
CNT	0,067	0,310
KT2	0,006	0,026
KT3	0,010	0,024
KT3B	0,021	0,169
LPC	0,014	0,074
RMD	0,009	0,031

D'après ces valeurs on peut constater que l'absorbance augmente vis-à-vis des produits de kaolin après cuisson en effet l'absorbance révèle une augmentation considérable des oxydes de fer, ce phénomène se traduit par la libération du fer qui été déjà contenus et emprisonné dans la matière organique existant dans le kaolin. [18].

L'augmentation de la valeur des oxydes de fer est évidente, cela devra se traduire par un virage de couleur qui virera ver le rougeâtre. Cette constatation n'est pas satisfaite lors de nos analyses, en effet la couleur de nos échantillons affiche une dégradation permettant l'obtention de la clarté et de la blancheur, l'explication de ce phénomène sera par le faite qu'un processus de calcination s'installe joue le rôle d'un inhibiteur de la traduction de couleur des oxydes de fer en rouge. [17]

IV.5. Etude des propriétés colorimétriques des kaolins

A l'aide du colorimètre comme mentionné dans le chapitre précédant nous avons pu quantifier la couleur de nos six kaolins, par un codage obtenu dans le système $L^*a^*b^*$, ces données sont introduites dans une calculatrice nommée Open RGB permettant la conversion des codes en une couleur comme le montre le tableau VI.6.

Open RGB est une application qui fonctionne sous Windows conçue pour aider à traiter les indices $L^*a^*b^*$ et les traduit en représentation colorimétrique.

L'avantage de cet équipement réside dans le fait qu'on peut l'enrichir par un ajout de teinte et de couleur, mais aussi on peut transcrire les codes dans les trois systèmes $L^*a^*b^*$ ou RGB sinon le $L^*S^*H^*$

Pour chaque nouvelle donnée entrée, la couleur résultante est immédiatement affichée et mise automatiquement à la disposition de toutes les différentes fonctions d'Open RGB.

IV.5.1. A l'état naturel

Les paramètres CIE $L^*a^*b^*$ (1976) des pastilles correspondant aux échantillons a l'état naturel sont dressés dans le tableau IV.6

La quantification de ces couleurs montre que les clartés (L^*) les plus élevées sont celles de KT3B, LPC et RMD, bien supérieures aux autres kaolins. Les clartés de CNT, KT2, KT3 sont les plus faibles, respectivement de 69,94 64,50 et 66,25. Les matières organiques, présentes dans les trois matériaux en sont responsables. [30]

Contrairement aux produits KT3B, LPC, RMD les paramètres de chromaticité a^* et b^* de CNT, KT2 et KT3 sont les plus grands indiquant que ces kaolins sont beaucoup plus colorés dans le domaine du rouge (a^*) et surtout du jaune (b^*). Cette coloration peut être rapportée à la présence de fer dans la goethite pour le jaune, et probablement à des traces d'hématite pour le rouge. [35]

Tableau.VI.6. Représentation du paramètre CIE L*a*b* et de la couleur des différents kaolins avant la cuisson.

L'état						
Naturel	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
L*	69.94	64.50	66.25	78.49	80.32	79.89
a*	5.21	6.82	5.16	2.32	1.30	1.60
b*	19.41	24.65	24.30	7.09	8.45	8.55



IV.5.2. Après cuisson

Les couleurs constituant la palette sont obtenues après chaque cuisson des différents kaolins utilisés pendant cette expérience.

Cette dernière sera constituée de six variétés de kaolins de composition minéralogique différente cuits à des températures allant de 700°C jusqu'à 1100°C pour une durée de 15, 30, 45 et 60 minutes ; on a pu constater une certaine dégradation au niveau de la couleur de nos six produits à chaque fois que ces paramètres varient.

Les résultats nous montrent que la cuisson agit positivement sur la clarté : les matériaux cuits sont plus clairs que les produits naturels Tableau VI.7.

L'augmentation de la température à 700 °C joue un rôle favorable sur la clarté car celle-ci augmente pour tous les kaolins. L'incinération des matières organiques et la déshydroxylation de la kaolinite influent positivement sur la clarté.

Dans ce domaine de température la muscovite, et le quartz sont présents dans le CNT, KT2, KT3, KT3B (absence du quartz dans le LPC et RMD à l'état naturel, selon les résultats de la DRX), ces phases diminuent la clarté de ces derniers.

En effet la muscovite est plus chromatique et sombre que la kaolinite car sa structure pourrait accepter des substitutions isomorphiques d'éléments chromophores [35], ceci est directement lié à la présence des taux relativement important en Fe₂O₃ et K₂O.

La kaolinite est dissociée à partir de 700°C selon la réaction suivante :



(Kaolinite) → (métakaolin) + (Silice amorphe)

A partir de 900°C jusqu'à 1100°C le métakaolin se dissocie en donnant en particulier de la silice amorphe instable, qui réagira aux températures supérieures, selon trois réactions :

- Une partie avec l'alumine γ pour donner la mullite $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$,
- Une autre partie cristallisera en cristobalite β ,
- La silice amorphe restante réagira avec les impuretés d'oxydes métalliques pour donner des phases vitreuses de compositions variables. [36]

Les clartés (L^*) de tous les échantillons trouvent une valeur maximum à 1100 °C pour la durée maximale d'une heure, d'après le tableau VI.7 cette valeur (L^*) atteint 95.93 pour le kaolin RMD qui se rapproche du blanc dont la clarté L^* est de 100.

Dans ce domaine de température (700-1100 °C) ; Le fait que ces échantillons soient les plus pauvres en ions métalliques de transition pouvant influencer leur chromaticité suffit à expliquer cette clarté.

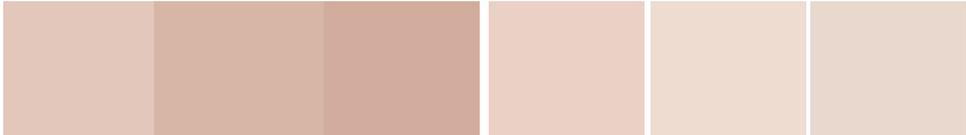
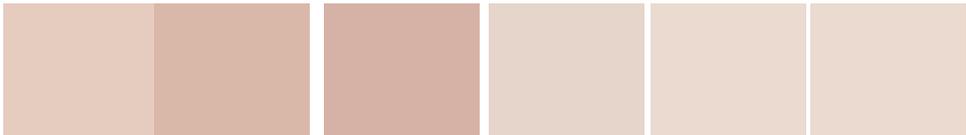
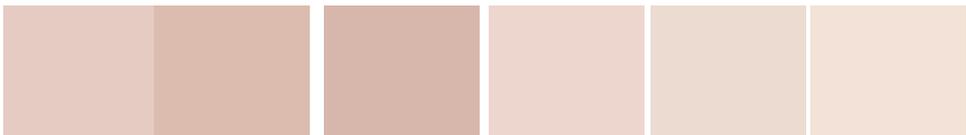
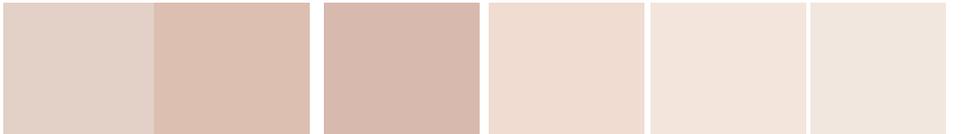
Dans ce domaine de température, la teinte brun-rouge des produits KT2, KT3 et CNT (valeurs importantes des paramètres a^* et b^*) est due à la présence de fer sous forme Fe^{2+} . Ce fer provient de la goethite jaune transformée en hématite rouge par déshydratation, du fer en substitution octaédrique dans la kaolinite et dans la muscovite transformée en oxyde libre lors de la destruction de leurs réseaux par déshydroxylation [37].

Tableau VI.7. Représentation du paramètre CIE L*a*b* et de la couleur des différents kaolins après la cuisson.

Durée de cuisson	T= 700° C	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
15min	L*	68,24	63,63	65,35	78,69	80,92	80,22
	a*	12,69	13,63	13,58	5,92	4,75	8,86
	b*	12,92	14,79	14,64	7,66	6,40	6,26
							
30min	L*	69,85	64,84	66,30	81,33	83,19	81,64
	a*	11,66	13,29	12,06	5,25	6,49	8,07
	b*	13,05	13,75	13,38	7,05	8,61	5,22
							
45min	L*	69,62	64,96	66,37	82,15	83,51	82,31
	a*	12,55	15,24	11,99	4,72	6,36	4,54
	b*	14,83	15,66	15,96	6,11	7,12	6,24
							
60min	L*	70,69	65,89	67,47	82,95	84,07	82,62
	a*	12,18	15,04	15,81	7,95	6,46	6,75
	b*	14,74	15,48	15,09	9,82	8,50	7,83
							

Durée de cuisson	T= 800 °C	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
15min	L*	72,37	66,24	66,95	84,38	84,91	83,30
	a*	12,87	14,76	14,73	7,51	6,28	6,52
	b*	14,07	14,87	14,95	9,48	8,56	7,99
30min	L*	75,52	67,77	67,90	84,44	85,97	83,84
	a*	11,99	14,25	14,14	7,48	5,83	6,32
	b*	13,14	14,07	14,91	8,86	8,03	7,95
45min	L*	76,85	68,62	68,50	84,59	86,15	83,92
	a*	11,58	13,05	13,83	6,93	5,36	5,47
	b*	12,38	13,70	14,60	8,41	7,86	7,41
60min	L*	76,95	71,91	69,95	85,37	88,37	84,86
	a*	11,27	12,53	13,11	6,56	4,62	5,20
	b*	11,31	12,70	13,91	7,97	6,61	7,36

Durée de cuisson	T= 900 °C	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
15min	L*	81,00	74,56	70,95	85,61	88,04	85,17
	a*	10,28	11,53	12,91	6,82	4,41	5,34
	b*	10,82	12,39	13,66	8,21	6,45	6,56
30min	L*	81,44	75,38	71,57	85,52	87,18	85,69
	a*	9,97	10,99	12,57	7,70	5,10	4,75
	b*	10,73	11,70	13,63	8,27	7,32	6,19
45min	L*	82,30	76,83	72,73	85,77	87,99	85,70
	a*	9,79	10,54	11,83	7,63	5,18	4,57
	b*	10,07	11,09	12,43	8,11	7,20	5,98
60min	L*	82,51	76,49	73,71	85,65	88,14	86,21
	a*	9,04	10,34	11,00	7,92	4,81	4,53
	b*	9,93	10,80	12,19	7,89	6,84	5,68

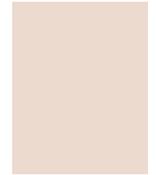
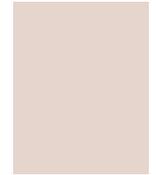
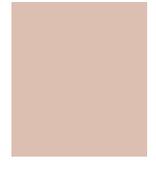
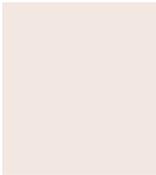
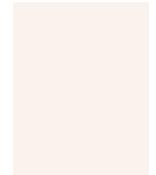
Durée de cuisson	T= 1000° C	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
15min	L*	82,23	76,63	73,44	85,27	88,91	87,26
	a*	7,84	10,22	11,75	8,01	4,60	4,40
	b*	9,23	11,63	12,94	8,15	6,83	6,06
							
30min	L*	83,89	77,21	75,23	86,30	88,22	88,05
	a*	7,65	9,87	10,97	8,11	4,52	4,45
	b*	8,85	10,64	10,83	7,31	6,42	6,63
							
45min	L*	83,52	78,65	76,79	87,23	88,42	90,85
	a*	8,02	9,37	9,89	7,08	4,63	4,08
	b*	7,43	9,91	9,50	6,44	6,22	6,44
							
60min	L*	84,83	79,56	77,45	89,12	91,83	92,22
	a*	5,39	8,93	9,63	5,24	3,57	2,95
	b*	6,46	9,39	9,67	7,12	5,19	4,26
							

Durée de cuisson		1100	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
15min	L*	84,96	79,74	77,68	89,45	91,98	92,45	
	a*	6,18	8,69	9,48	5,50	3,29	2,72	
	b*	7,23	9,12	9,53	6,36	5,05	4,12	
30min	L*	85,18	80,12	78,03	90,05	92,38	93,06	
	a*	5,92	8,32	8,84	4,23	3,13	2,54	
	b*	6,85	9,06	9,19	5,88	4,86	4,02	
45min	L*	86,13	81,35	79,15	91,85	93,04	94,13	
	a*	4,85	7,87	8,36	3,94	2,87	2,21	
	b*	5,93	8,74	9,05	5,09	4,23	3,76	
60min	L*	88,56	83,63	81,33	92,38	94,40	95,93	
	a*	4,07	7,14	7,93	3,25	2,27	2,10	
	b*	4,56	8,23	8,75	4,22	4,06	3,32	

IV.6. Présentation de la palette de couleur par colorimétrie des différents kaolins

La dégradation de la couleur est nettement plus visible à l'œil nu une fois les couleurs des échantillons sont regroupés pour 60 minutes de cuisson pour les températures allant de 700°C jusqu'à 1100°C comme le montre le tableau VI.8.

Tableau IV.8. Présentation du paramètre CIE L*a*b* et de la couleur des différents kaolins cuits a (700-1100°C) pendant 60 min.

T°C	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
700						
800						
900						
1000						
1100						

Conclusion

Les analyses chimiques réalisées sur les différents kaolins révèlent la présence des éléments à savoir : SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , K_2O , Na_2O à différents teneurs, justifiant le choix des six kaolins utilisé lors de cette étude. En effet ces kaolins présentent en leurs composante des impuretés colorantes qui agissent négativement sur l'aspect colorimétrique du kaolin.

La présence de ces impuretés dans les kaolins à l'état naturel conduit à une étendue de couleur, assez large. La quantification de ces couleurs en utilisant les paramètres CIEL *a*b* des kaolins nous a permis de les situer dans le cercle chromatique des couleurs. CNT KT2 et KT3 sont situées dans le jaune-rouge ; KT3B, LPC, RMD dans le domaine du crème,

Ces couleurs sont essentiellement dues aux éléments chromophores (éléments métalliques de transition) tel que le fer (goethite), le titane (anatase et rutile) le manganèse (todorokite). La muscovite participe à la chromaticité des kaolins dans la mesure où elle renferme du fer en substitution dans sa structure. La matière organique est noire une fois éliminée les échantillons deviennent plus claire. La température de cuisson entre 700 et 1100 °C joue un rôle positif vis à vis de la clarté car ces kaolins s'éclaircissent dans ce domaine des températures.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Notre travail porte sur l'étude de la couleur de six kaolins, dont quatre d'origine Algérienne (CNT, KT2, KT3, KT3B) et deux d'origine étrangère (LPC, RMD). Ces kaolins se différencient par leurs compositions minéralogiques, chimique. Le choix de ces kaolins est lié aux impuretés minérales diversifiées qui influencent sur le paramètre de notre étude qui est la couleur, ils renferment, les micas, le quartz, les feldspaths et la goethite.

Les résultats nous montrent que la cuisson agit positivement sur la clarté : les matériaux cuits sont plus clairs que les produits naturels

L'augmentation de la température à 700 °C joue un rôle favorable sur la clarté car celle-ci augmente pour tous les kaolins. L'incinération des matières organiques et la déshydroxylation de la kaolinite influent positivement sur cette dernière

Dans ce domaine de température (700-1100 °C) ; Le fait que ces échantillons soient les plus pauvres en ions métalliques de transition pouvant influencer leur chromaticité suffit à expliquer cette clarté.

La présence de ces impuretés dans les kaolins à l'état naturel conduit à une étendue de couleur, assez large. La quantification de ces couleurs en utilisant les paramètres CIE L*a*b* des kaolins nous a permis de les situer dans le cercle chromatique des couleurs.

Ces couleurs sont essentiellement dues aux éléments chromophores (éléments métalliques de transition) tel que le fer (goethite), le titane (anatase et rutil) le manganèse (todorokite). La muscovite participe à la chromaticité des kaolins dans la mesure où elle renferme du fer en substitution dans sa structure. La matière organique est noire une fois éliminée, les échantillons deviennent plus clairs. La température de cuisson entre 700 et 1100 °C joue un rôle positif vis à vis de la clarté car ces kaolins s'éclaircissent dans ce domaine de températures.

L'ensemble de ces résultats peuvent être appliqué dans l'industrie des kaolins, plus particulièrement dans la céramique ou la couleur joue un majeur facteur dans sa commercialisation et la diversité des produits céramiques ou à base de kaolin en générale.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUE

Références Bibliographique

- [1] : Rautureau. M, Simone Caillère et Stéphane Hénin. “*Les Argiles* “.2^{ime} édition, Septima, Paris. 2004.
- [2]: Nathalie Fagel. " Géologie des argiles, chapitre 3, département de géologie, unité argile et paléoclimat(URAP) ". Université de liège Belgique 2005.
- [3]: W.M Bundy. "The diverse industrial applications of kaolin". In: Murray, H.H., Bundy, W.M., Harvey, C.C. (Eds.), *Kaolin Genesis and Utilisation*. Special Publication of the Clay Mineral Society, Colorado, USA, .vol. 1, pp. 43–73. 1993.
- [4] : Caillère. S, 1982 : *Minéralogie des argiles, classification et nomenclature*.2^{ieme} édition, Masson, Paris.
- [5] : Harrat Mohamed. “Contribution à l’amélioration du procédé de fabrication de la céramique, Etude sur site : unité Maghreb céramique de Touggourt “, Mémoire de Magistère, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2007.
- [6] : Rautureau. M. “*Argiles et santé, propriétés et santé*“, édition médicale international Lavoisier.60p.2003.
- [7] : Kesri Nafissa. “Contribution à l’étude minéralogique du gisement de kaolin de Jijel“, Mémoire de Magister, *Université Mouhamed Boudiaf –USTO- Oran*, 2014.
- [8] : Lalmi khier. “ Etude par diffraction RX matériaux a base de kaolin de kt2 et dd“, Thèse de Magister, Université Mentouri - Constantine.2010.
- [9] : Boudchicha Mohamed Réda. “ Étude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de kaolin-dolomite“, Thèse Doctorat, Université El-Hadj Lakhder Batna, 2010.
- [10] : Gridi-Bennadji Fayza. “ Matériaux de mullite à microstructure organisée composés d’assemblages muscovite – kaolinite“, Thèse de Doctorat, Université de Limoges.2007.

[11]: J. Konta, "Deposits of ceramic raw materials", monograph 1.1.3, Ceramic. Monographs-Handbook of Ceramics, 1979.

[12] : M. Kuzvart, J. Konta, Acta Universit  Carol. Geological, No1-2, Prague, 1968.

[13] : H. C. Helgeson, R. M. Garrels, F. T. Mackenzie, Acta, 33, pp.455-481, 1969.

[14]: Bish D.L, Dreele R.B.V. "Rietveld refinement of non-hydrogen atomic positions in kaolinite". Clays and clay minerals.1989.

[15]: E.A.C Folette, "The Retention of Amorphous, Colloidal 'ferric hydroxide' by Kaolinites", J. Soil Sc, 16, pp.334-341, 1965.

[16] : Ouis Nora. « Synth ses et caract risations physico-chimiques de polym res hybrides », Th se de Doctorat, Universit  Es-Senia. Oran., 2004.

[17] : N.S Soro, « Influence des ions fer sur les transformations thermiques de la kaolinite », Th se de Doctorat, Universit  Limoges, 2003.

[18]: R. Sladek. «New ways in the firing technology for whiteware ceramics (porcelain) », Euroceramics, vol 2, pp 510-515. 1989.

[19] : J. S bastian, « Prise en compte de la r activit  de diff rentes fractions des mati res organiques du sol dans la pr vision de la sp ciation des m taux : cas du cuivre », Th se de fin d' tude, AgroParisTech.2007.

[20] : Ait-Amer.R. Alimarina.k, M moire de fin de cycle, Universit  de Bejaia.2008.

[21] : Bouzidi Nedjima. « Influence des impuret s des kaolins sur les propri t s des produits de cuisson », Th se de Doctorat, Universit  de Bejaia.2012.

[22] : William S. Mackenzie et Anthony E. Adams « Initiation   la p trographie ». Edition, Dunod.Paris, 1999

- [23] : BRGM, « Memento roches et minéraux industriels-le kaolin » Rap. BRGM, R 39949.
- [24] : A.Badi. « Caractérisation et valorisation des sous-produits du kaolin de Tamazert », Thèse de Magister, Université A. Mira Bejaia.2010.
- [25] : Société Des Kaolins D'Algérie, « complexe des kaolins d'el milia », Rapport géologique actualisé, 2009
- [26]: G.E. Christidis. «Advances in the Characterization of Industrial Minerals»
- [27]: D.J. « Vaughan ,R.A. Wogelius Environmental Mineralogy II»
- [28] : D.W. Osomba « Caractérisation et valorisation des matériaux argileux de la Province de Kinshasa (RD Congo) ». Université de liège Juin 2012
- [29] : B.Zehira « Elaboration et caractérisation des matériaux polycristallins à base de kaolin DD et KT2 » universite mentouri-constantine.2008.
- [30] : Mouni. L « cours de spectroscopie infrarouge » l'université AMO de Bouira
- [31] : Robert Sève, Science de la couleur « Aspects physiques et perceptifs », Marseille, Chalagam, 2009, p. 143-146
- [32] : C. Bejjani, N. Khattabi, R. Labib, « Applications des mathématiques, Les Couleurs », Cours pertinents Calcul II, Ecole polytechnique Montréal.
- [33] : P. Segalen. « La détermination du fer libre dans les sols à sesquioxydes », Cah. O.R.S.T.O.M., sér. Pédol., vol. IX, no 1, 1971.
- [34] SATOUH. A « Pétrogéochimie et minéralisations des roches magmatiques de la région de Collo (NE- algérien). » Thèse magister en géologie, université badji Mokhtar Annaba

[35] : J.M Haussonne, Claude Carry. Paul Bowen, James Barton. " Ceramiques et verres. Principes et techniques d'élaboration". Presse polytechnique et universitaires romandes. (Lausanne). Première édition 2005.

[36] : La[mi. Khier « etude par diffraction des rx de materiaux à base de kaolin de KT2 et DD » thèse de magister p. 41

[37] : Nathalie Fagel. " Géologie des argiles, chapitre 3, département de géologie, unité argile et paléoclimat(URAP) ". Université de liège Belgique 2005.

ANNEXE

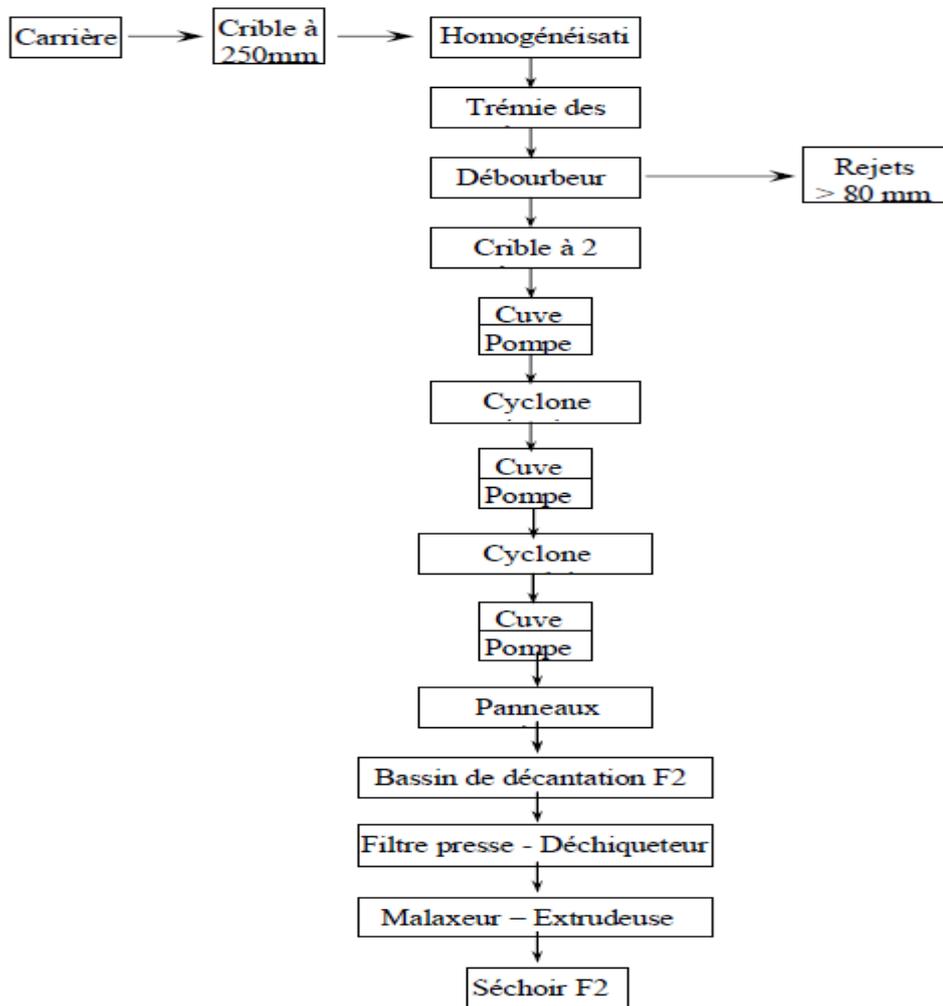
Annexe 1 : Tableau du résultant de la classification granulométrique de kaolin CNT.

Kaolin CNT	Stock 01	Stock 02	Stock 03
Humidité (%)	13,3	16,1	14,2
P. Humide (g)	1000	1000	1000
P. SEC	867	839	858
>200 µm (g)	393,1	385,5	415,6
>200 µm (%)	45,3	45,9	48,4
<200 µm (g)	473,9	453,5	442,4
Dispersant (ml) *0.25	118,5	113	110,8
15-200 µm (g)	366,4	350,4	339,8
15-200 µm (%)	42,9	41,8	39,6
<15 µm (g)	107,5	103	102,6
<15µm (%)	12,4	12,3	12

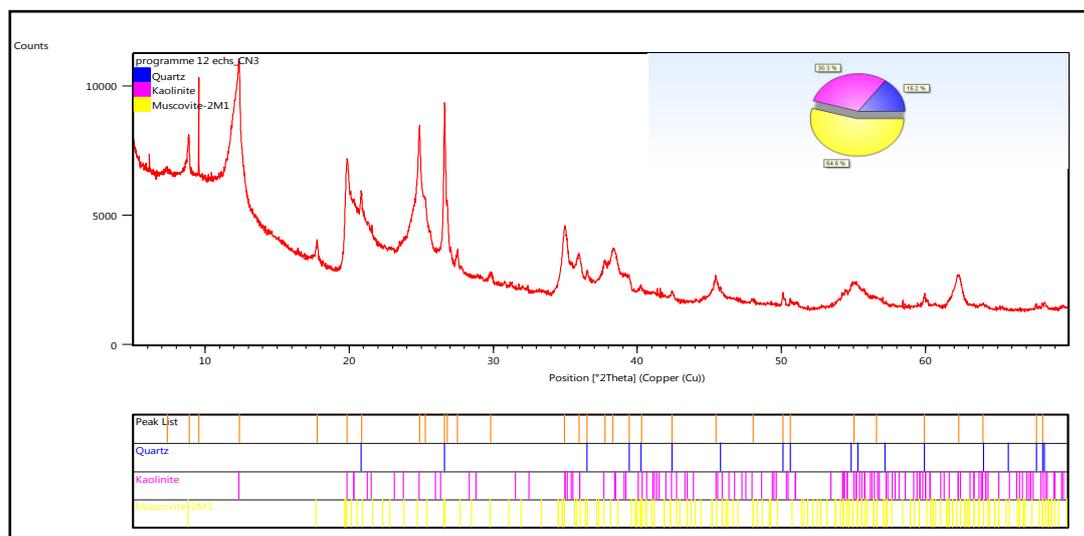
Annexe 2 : Tableau La classification granulométrique des kaolins a étudiée

			KT2	KT3	KT3B	RMD	LPC
Analyse granulométrique	% en poids	> 40	2	3	3	1	3
		< 15	10	4	4	12	14
		< 10	23	20	20	20	19
		< 05	22	26	26	27	25

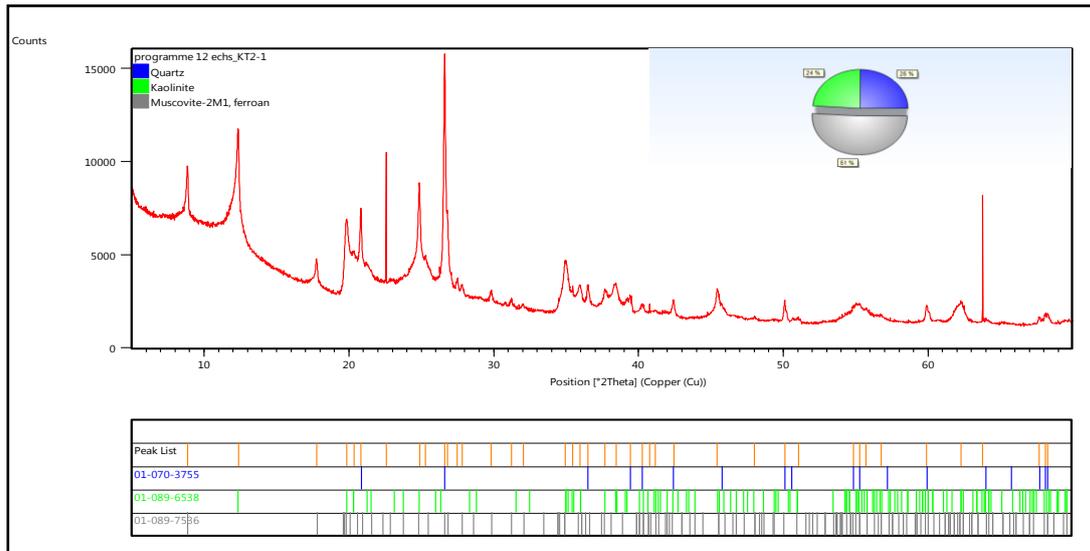
Annexe 3 : Enrichissement du kaolin brut : lévigation par cyclone, filtration et séchage (source SOALCA-ENOF El-Milia).



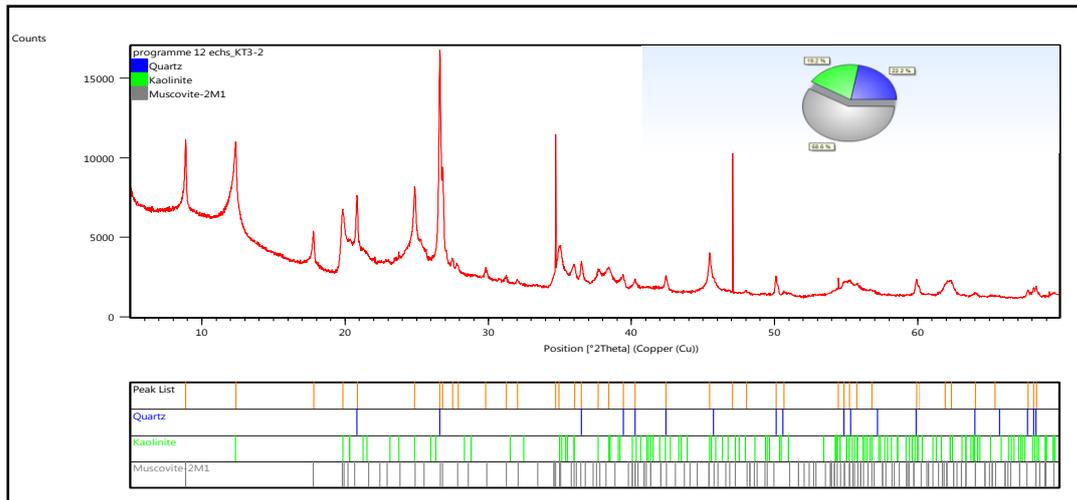
Annexe 4 : DRX de kaolin CNT, KT2, KT3, KT3B, LPC et RMD



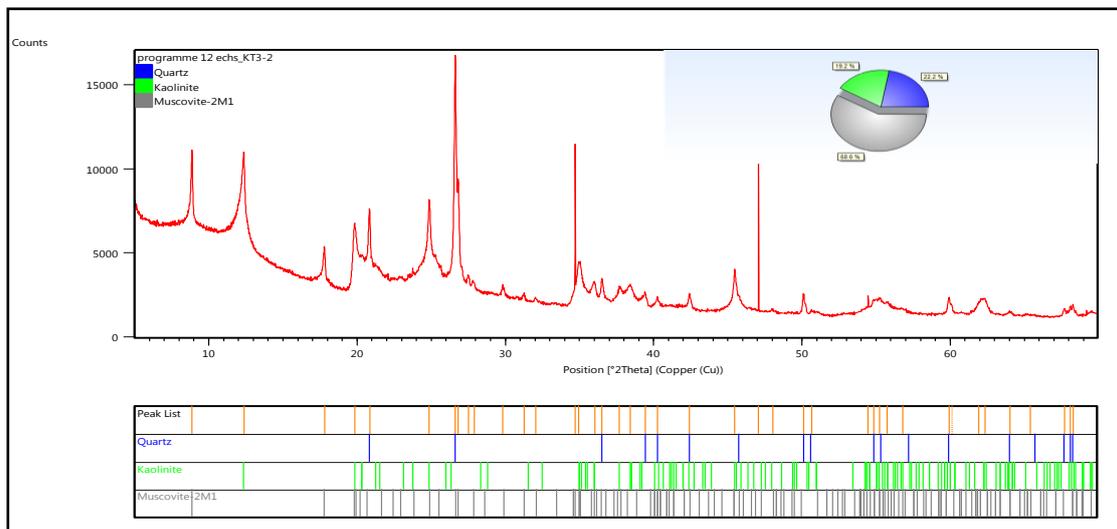
ECHANTILLON CN3



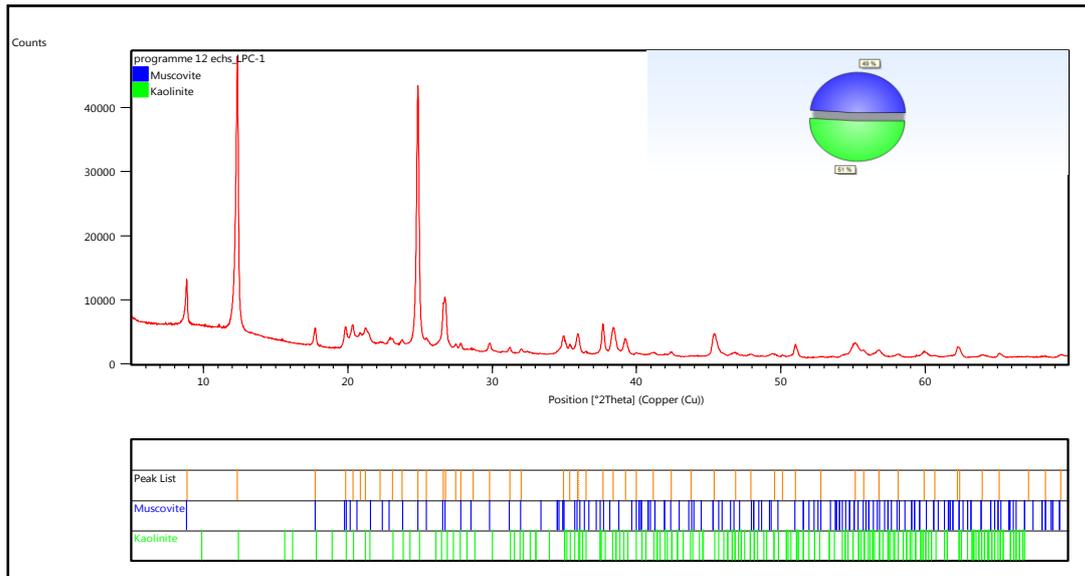
ECHANTILLON KT2



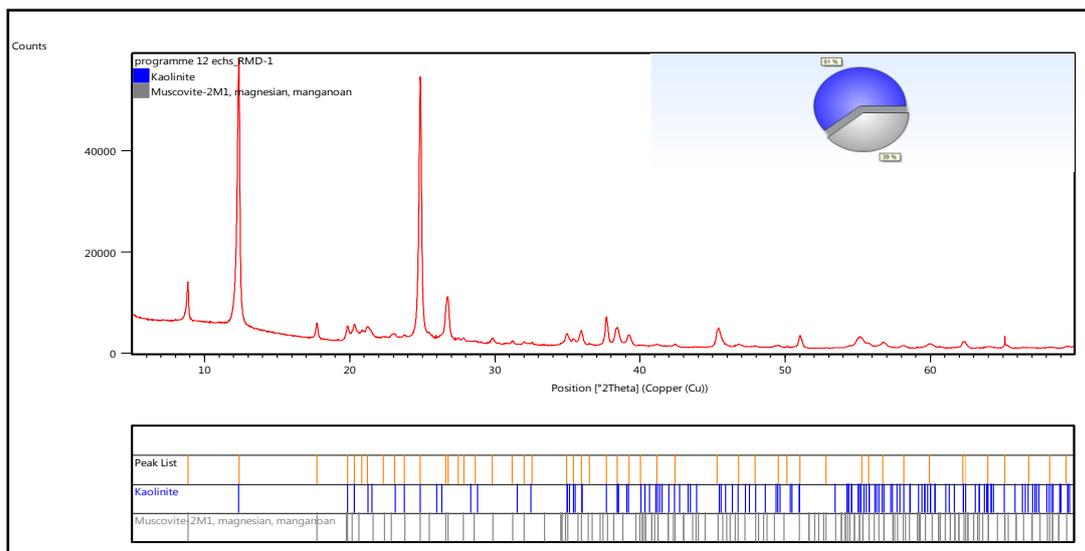
ECHANTILLON KT3



ECHANTILLON KT3B



ECHANTILLON LPC



ECHANTILLON RMD

Annexe 5 : Les fiches STM de DRX des minéraux des kaolins.

1) Moscovite

Name and formula

Reference code:	00-001-1098
Mineral name:	Muscovite
PDF index name:	Hydrogen Aluminum Potassium Silicate
Empirical formula:	$\text{Al}_3\text{H}_2\text{KO}_{12}\text{Si}_3$
Chemical formula:	$\text{H}_2\text{KAl}_3(\text{SiO}_4)_3$

Crystallographic parameters

Crystal system: Monoclinic
Space group: C2/c
Space group number: 15

a (Å): 5,1800
b (Å): 9,0200
c (Å): 20,0400
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 95,5000
Gamma (°): 90,0000
Measured density (g/cm³): 2,88
Volume of cell (10⁶ pm³): 932,03
Z: 4,00

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
 Mineral
Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: see Brindley comments April 10, 1956.
Color: Colorless
Optical data: A=1.552, B=1.582, Q=1.588, Sign=-, 2V=45°

References

Primary reference: Hanawalt. et al., Anal Chem , 10, 475, (1938)
Unit cell: Archs. Sci Geneve

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	0	0	2	9,90000	8,925	60,0
2	0	0	4	5,00000	17,725	27,0
3	1	1	0	4,47000	19,846	53,0
4	-1	1	3	3,88000	22,902	20,0
5	0	2	3	3,72000	23,901	13,0
6	-1	1	4	3,49000	25,502	13,0
7	0	0	6	3,33000	26,750	33,0
8	1	1	4	3,19000	27,947	20,0
9	0	2	5	2,99000	29,858	47,0
10	1	1	5	2,86000	31,249	27,0
11	-1	1	6	2,79000	32,054	20,0
12	1	3	1	2,56000	35,023	100,0
13	-1	3	3	2,47000	36,343	27,0
14	1	3	3	2,38000	37,768	20,0
15	-1	1	8	2,28000	39,492	7,0
16	2	0	4	2,21000	40,798	20,0
17	1	3	5	2,13000	42,402	53,0
18	0	2	9	1,99000	45,547	40,0

19	-1	3	9	1,72000	53,212	7,0
20	3	1	2	1,64000	56,029	20,0
21	-2	4	7	1,50000	61,799	33,0

2) Quartz

Name and formula

Reference code:	00-001-0649
Mineral name:	Quartz
PDF index name:	Silicon Oxide
Empirical formula:	O₂Si
Chemical formula:	SiO₂

Crystallographic parameters

Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P312
Space group number:	149
a (Å):	4,9030
b (Å):	4,9030
c (Å):	5,3930
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	120,0000
Measured density (g/cm ³):	2,65
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	112,28
Z:	3,00
RIR:	-

Status, subfiles and quality

Status:	Marked as deleted by ICDD
Subfiles:	Inorganic Mineral
Quality:	Blank (B)

Comments

Deleted by:	Deleted by NBS 5-490.
Color:	Colorless
Optical data:	B=1.544, Q=1.55337, Sign=+

References

Primary reference:	Hanawalt. et al., Anal Chem , 10, 475, (1938)
Optical data:	Data on Chem . for Cer. Use , Natl Res. Council Bull 107
Unit cell:	The Structure of Crystals, 1st Ed.

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	0	0	4,25000	20,885	25,0
2	1	0	1	3,35000	26,587	100,0
3	1	1	0	2,45000	36,650	15,0
4	1	0	2	2,29000	39,312	10,0
5	1	1	1	2,23000	40,416	6,0
6	2	0	0	2,12000	42,612	9,0
7	2	0	1	1,97000	46,035	8,0
8	1	1	2	1,82000	50,079	25,0
9	1	0	3	1,66000	55,296	8,0
10	2	1	1	1,54000	60,026	20,0
11	1	1	3	1,45000	64,179	2,0
12	2	1	2	1,38000	67,861	25,0
13	1	0	4	1,30000	72,675	4,0
14	3	0	2	1,26000	75,374	3,0
15	2	2	0	1,23000	77,549	3,0
16	2	1	3	1,20000	79,870	6,0
17	1	1	4	1,18000	81,506	8,0
18	3	1	1	1,16000	83,219	1,0
19	3	1	2	1,08000	90,998	4,0
20	1	0	5	1,05000	94,381	2,0
21	4	0	1	1,04000	95,578	1,0
22	2	2	3	1,02000	98,085	1,0

3) kaolinite

Name and formula

Reference code:	00-001-0527
Mineral name:	Kaolinite
PDF index name:	Aluminum Silicate Hydrate
Empirical formula:	Al₂H₄O₉Si₂
Chemical formula:	Al₂Si₂O₅ (OH)₄

Crystallographic parameters

Crystal system:	Anorthic
a (Å):	5,1400
b (Å):	8,9300
c (Å):	7,3700
Alpha (°):	91,8000
Beta (°):	104,5000
Gamma (°):	90,0000
Measured density (g/cm ³):	2,58
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	327,34

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
Subfiles: Inorganic
 Mineral
Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: Deleted by 5-143, see 6-221, replaced by 14-164, 12-447.
Color: Colorless
Optical data: A=1.561, B=1.565, Q=1.566, Sign=-, 2V=36°

References

Primary reference: Hanawalt, et al., Anal Chem , **10, 475, (1938)**
Optical data: Ross, Kerr., U.S. Geol. Surv. Prof. Paper, **165, (1930)**
Unit cell: Brindley, Robinson., Mineral Mag., **27, 42, (1946)**

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	0	0	1	7,20000	12,283	80,0
2	0	2	0	4,45000	19,936	80,0
3	1	1	0	4,30000	20,639	64,0
4	-1	-1	1	4,20000	21,136	48,0
5	-1	1	1	4,04000	21,984	32,0
6	0	0	2	3,59000	24,780	100,0
7	-1	3	0	2,56000	35,023	48,0
8	-1	3	1	2,50000	35,892	48,0
9	1	-3	1	2,34000	38,439	80,0
10	1	-3	2	1,99000	45,547	32,0
11	2	3	0	1,90000	47,835	8,0
12	-2	-3	2	1,85000	49,212	8,0
13	-2	2	3	1,80000	50,674	8,0
14	1	4	2	1,67000	54,937	40,0
15	-1	3	4	1,54000	60,026	16,0
16	1	-5	2	1,49000	62,260	56,0
17	3	2	2	1,31000	72,033	8,0
18	1	0	5	1,29000	73,330	16,0
19	2	-6	1	1,24000	76,809	16,0

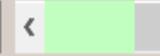
Annexe 6 : Calculatrice Open RGB

OpenRGB

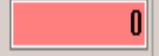
Calculator Harmonies Match Search Calibration About

0-255 sRGB 0-1.0 HSL HSV

R 255 <  > 1 H 52 C  C 0.00003

G  255 <  > 1 S  240 M  0 M 0

B 254.98 <  > 0.99993 L 240 Y  0.00007 Y 0.00011

HTML Gamma test  Range Range K  0

FFFFFFFF 2.4 (sRGB) 0-240 0-1.0

L*ab L*ch L*uv Hunter-Lab XYZ (LRV=Y) Yxy

L* 100 L* 100 L* 100 L 100 X 95.047 Y 100

a* 00 C* 0 u* 0 a -5.341 Y 100 x 0.31273

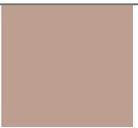
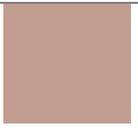
b* 00 H° 0 v* 0 b 5.443 Z 108.883 y 0.32902

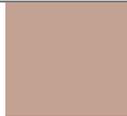
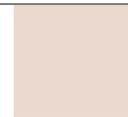
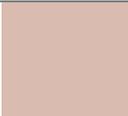
Illuminant Observer

D65 (Daylight) 2° (1931)  → 

	0-255	0-FF	0-1.0			Gamma
R	255.00	FF	1.00000			2.4
G	> 255	FF	> 1			Web-Safe
B	254.98	FF	0.99993			FFFFFF

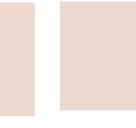
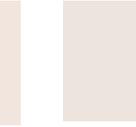
Annexe 7 : Représentation du paramètre CIE L*a*b* et de la couleur des différents kaolins après la cuisson des différentes prises d'échantillons.

Durée de cuisson	700°C	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
15 min	L	58,26	60,98	63,00	72,58	79,89	79,13
	A	4,08	9,50	10,36	3,20	3,59	2,96
	B	6,17	12,15	12,22	4,19	5,83	4,58
							
30min		63,60	64,11	65,23	79,42	81,94	82,16
		5,44	11,36	11,75	4,56	3,67	3,63
		7,55	12,75	12,93	5,75	6,10	5,62
							
45 min	L	66,51	64,27	65,06	81,64	82,83	83,44
	A	6,93	12,14	12,80	5,31	4,53	4,44
	B	8,42	13,01	12,86	6,10	6,82	6,09
							
60 min	L	68,82	64,73	66,47	83,10	83,46	83,90
	A	8,13	12,73	13,23	5,59	4,88	4,96
	B	9,55	13,65	13,53	6,60	7,33	6,96
							

Durée de cuisson	800°C	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
15 min	L	73,29	65,65	66,09	82,95	85,06	84,52
	A	8,91	11,68	14,74	5,59	3,64	4,02
	B	10,36	13,55	15,84	6,74	6,20	6,15
							
30 min	L	74,14	67,13	67,04	85,46	86,17	85,60
	A	9,50	13,31	15,97	6,12	4,59	4,74
	B	9,85	18,81	15,35	6,54	6,97	6,52
							
45min	L	74,42	67,92	68,46	84,96	85,32	86,51
	A	9,51	13,68	15,37	6,41	5,22	5,46
	B	9,98	13,59	15,28	6,66	6,90	7,28
							
60min	L	75,78	68,28	68,23	85,37	87,00	86,90
	A	9,97	14,86	16,29	6,28	5,00	5,29
	B	10,78	15,16	16,56	6,85	7,31	7,28
							

Durée de cuisson	900° C	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
15 min	L	78,81	73,06	74,00	87,53	84,43	85,49
	A	10,82	14,15	14,62	5,76	5,07	4,51
	B	11,34	15,68	16,98	7,17	8,46	7,27
							
30 min	L	79,12	74,68	74,57	87,58	85,28	86,71
	A	10,30	13,71	13,91	5,59	4,81	4,32
	B	11,50	15,88	16,70	6,31	8,08	6,67
							
45min	L	79,07	74,36	71,49	87,04	86,36	87,51
	A	10,54	14,40	15,27	5,86	4,93	4,21
	B	11,01	15,53	16,90	6,65	7,73	6,28
							
60min	L	79,33	73,93	76,63	88,02	91,17	87,54
	A	10,37	14,84	14,21	5,80	4,13	4,28
	B	10,63	17,32	15,56	6,11	6,75	6,23
							

Durée de cuisson	1000 °C	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
15 min	L	81,03	77,95	76,17	87,69	87,58	89,68
	A	9,26	11,58	13,05	6,74	3,67	3,56
	B	8,94	12,93	14,99	8,09	5,91	5,35
30 min	L	82,70	77,95	75,62	87,72	88,47	90,64
	A	8,96	10,62	12,17	6,50	3,61	3,30
	B	8,48	11,31	13,25	7,51	5,48	4,78
45min	L	81,45	78,93	77,99	88,72	89,66	90,00
	A	8,73	10,89	11,92	5,88	3,53	34,00
	B	8,03	11,72	13,40	7,62	5,30	4,50
60min	L	81,13	78,56	77,45	89,12	90,83	90,22
	A	8,39	10,93	11,63	5,25	3,57	3,00
	B	7,46	11,39	12,67	7,12	5,19	4,26

60 min	CNT	KT2	KT3	KT3B	LPC	RMD
700						
800						
900						
1000						

Annexe 8 : Photo du kaolin



Résumé

Les kaolins représentent la matière première alimentant l'industrie de plusieurs produits, leur importance réside dans la gamme large de leur paramètres recherchés exclusivement la couleur. Cette dernière n'est satisfaisante que lorsque les éléments qui l'influencent se voit diminuer durant le processus de fabrication (généralement la cuisson). De ce postulat nous avons essayé d'élaborer une palette de couleurs en faisant varier le temps et la température de cuisson ; suite auxquelles nous quantifions la couleur du produit obtenu selon le système $L^*a^*b^*$ au cours de notre étude nous avons jugé important de réaliser une caractérisation des kaolins avant cuisson, des analyses après cuisson ont été aussi réalisées dont le souci est de comprendre la variation de la couleur en fonction des changements chimiques opérés sur le kaolin.

Mots clés : kaolinite, impuretés, couleur, usages industriels, le kaolin KT1, LPC, RMD, KT2, KT3, Kaolin.

Abstract

Kaolin represent the raw material supplied to the several products industry, their importance lies in the wide range of their parameters desired color exclusively . The latter is satisfactory only when the elements that influence is seen to decrease during the manufacturing process (usually cooking). From this premise we tried to develop a range of colors by varying the cooking time and temperature; following which we quantify the color of the product obtained according to the $L^*a^*b^*$ in our study we considered it important to make a characterization of kaolin before cooking , analyzes after firing were also performed whose concern is to understand the change in color in function of the chemical changes made on kaolin.

Keywords : kaolinite, impurities, Color, kaolin KT1, KT2, LPC, RMD, Kaolin.