

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE PHYSIQUE

THEME

**Elaboration et caractérisation de matériaux poreux à base
d'argile.**

Présenté par : **NOM : ABIB**

PRENOM : FATMA

Soutenu publiquement, le 07 / 07 / 2019, devant le Jury composé de :

<i>Nom et prénom</i>	<i>Grade</i>	<i>Affiliation</i>	<i>Qualité</i>
<i>Mme Hikem Djamila</i>	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Présidente</i>
<i>Mr Lateb Yacine</i>	<i>MAA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>Mme Hammouten nadjia</i>	<i>MAA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Examinatrice</i>

Remerciements :

Ce travail a été réalisé au laboratoire de chimie physique faculté des sciences à l'université de Mouloud Mammeri de Fizi-Cuzou.

Je tiens tout d'abord à adresser mes sincères remerciements à mon promoteur Mr LAÏEB Yacine pour le temps précieux qu'il m'a consacré, pour son sérieux, pour ces précieux conseils et orientations prodigues tout au long de la réalisation de ce travail.

Je remercie très chaleureusement Mme Hikem Djamilia maître de conférence classe A à l'UMM50 de m'avoir fait l'honneur de présider le jury.

Mes remerciements les plus vifs s'adressent aussi à Mme Hammoutene Nadjia maître assistante classe A à l'UMM50 d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer mon travail.

Un grand merci aux ingénieures de laboratoire de chimie physique pour leur sympathie et leur gentillesse.

Enfin, je remercie mes parents et toute ma famille pour leurs soutiens et leurs aides ainsi que leurs encouragements permanents.

Dédicaces

Je dédie ce mémoire à :

Mes parents :

Ma mère qui a œuvré pour ma réussite de par son amour son soutien tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste sois-t-il l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.

Mon père qui peut être fier trouve ici le résultat de longues années de sacrifices et de privation pour m'avoir aidé à avancer dans ma vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; merci pour les valeurs nombreuses, l'éducation et le soutien permanent venus de toi.

A ma sœur Meriem et mon frère Mehdi qui n'ont cessé de m'encourager.

A mon grand-père paix à son âme, puisses-tu être fier de moi.

A mes tantes et mes oncles ainsi que mes cousins et cousines, particulièrement à toi Océane pour ton aide très précieuse.

A toutes mes amies qui me sont chères : qu'elles trouvent ici l'expression de mes sentiments les plus dévoués et mes vœux les plus sincères.

A toute ma famille sans exception.

Trouvez ici l'expression de ma profonde gratitude et reconnaissance.



Sommaire

Sommaire

Remerciement

Dédicace

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale 1

Chapitre I : Revue bibliographique

I.1.Introduction 3

I.2.Généralité sur les argiles 3

I.3.Microstructure des argiles 4

I.3.1.Structure de base 4

I.3.2.Classification des argiles 5

I.3.2.1.Minéraux de type 1 :1 (ou T-O) 5

I.3.2.2.Minéraux de type 2 :1(ou T-O-T) 5

I.3.2.3.Minéraux de type 2:1:1(ou T-O-T-O) 6

I.4.Propriétés macroscopiques 7

I.4 .1.Argiles tendres et argiles raides 7

I.4.2.Propriétés des minéraux argileux 7

I.4.2.1. La surface spécifique 8

I.4.2.2. La capacité de gonflement et d'adsorption d'eau 8

I.4.2.3. Capacité d'échange cationique 9

I.5.Multiples propriétés et nombreuses applications 10

I.6.Utilisation des argiles dans l'industrie céramique 10

I.7.La cellulose 11

I.8.Structure de la cellulose 11

Sommaire

I.8.1.Structure chimique	11
I.8.2.Structure moléculaire	12
I.9.Obtention de la cellulose	12
I.9.1.Cellulose extraite de la pulpe de bois	12
I.9.2.Cellulose bactérienne	12
I.9.3.Cellulose microcristalline	13
I.10.Activation et dissolution de la cellulose	13
I-11-Propriétés physico-chimique de la cellulose	14
I-12-Travaux réalisés dans le domaine	14

Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1.Protocole expérimentale	16
II.2.Techniques de caractérisations	19
II.2.1. La diffraction des rayons X	19
II.2.2.La spectroscopie infrarouge	20
II.2.3.Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	20
II.2.4. Mesure de la porosité	21
II.2.5. Mesure de la densité	21
II.2.6.Mesure du module de Young	22
II.2.7.Analyse thermogravimétrique (ATG)	23
II.2.8.Mesure de la perméabilité	24

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1.Diffraction des rayons X	27
III.2.Spectroscopie infra-rouge	29
III.3.L'analyse thermogravimétrique (ATG)	31

Sommaire

III.4.Analyse au Microscope électronique à balayage	33
III.5.Essais mecaniques (evaluation du coefficient de Young)	34
III.6.Mesure de la porosité et de la densité	39
III.7.Test de perméabilité	41
Conclusion générale	43
Références bibliographiques	44
Résumé	



Liste des Figures

Listes des figures

<i>N° Figure</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
Figure I.1	Structure des feuillets composant l'argile	4
Figure I.2	a) Unité tétraédrique à cœur de silicium. b) Schéma d'une couche de tétraèdre $[\text{Si}_4 \text{O}_{10} (\text{OH})_2]_6$ avec arrangement hexagonal.	4
Figure I.3	a) Unité octaédrique b) Structure en couche à base d'octaèdre de Brucite $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ou de Gibbsite $\text{Al}(\text{OH})_3$	5
Figure I.4	Exemples de morphologie de Crystal d'un échantillon d'argile	6
Figure I.5	Localisation de l'eau dans les argiles	9
Figure I.6	Représentation de la chaîne de la cellulose	11
Figure II.1	Broyage et tamisage de l'argile.	16
Figure II.2	Schéma du processus de préparation des supports à base d'argile	17
Figure II.3	Illustrations montrant le processus suivi pour l'élaboration des échantillons cylindriques	18
Figure II.4	Conditions opératoires utilisées pour le traitement thermique	19
Figure II.5	Dispositif utilisé pour la mesure de la densité et de la porosité	22
Figure II.6	La courbe contrainte-déformation	23
Figure II.7	Représentation des disques d'argile utilisés pour le test de perméabilité	24
Figure II.8	Représentation des disques dans les bouchons	25
Figure II.9	Dispositif utilisé pour mesurer la perméabilité (avant et après commencement de l'expérience)	25
Figure III.1	Diffractionogramme X de l'argile brute, avec K = Kaolinite, M =Micas, Q = Quartz, C=calcite	27
Figure III.2	Diffractionogramme X du mélange d'argile 10%C Ø ₂ 800°C	28
Figure III.3	Diffractionogramme X du mélange d'argile 10%C Ø ₂ 1000°C	28
Figure III.4	Spectre Infra Rouge d'une argile brute	29
Figure III.5	Spectres IR des matériaux élaborés calcinés à 600 et 1000°C	30

Listes des figures

<i>N° Figure</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
Figure III.6	Analyse thermogravimétrie de l'argile brute	31
Figure III.7	Image MEB d'une argile brute	33
Figure III.8	Images MEB des mélanges à 20%C	34
Figure III.9	Appareil de compression (IBERTSET)	35
Figure III.10	Echantillon avant et après compression calciné à 600°C	35
Figure III.11	Echantillon avant et après compression calciné à 1000°C	35
Figure III.12	Variation de la déformation en fonction de la contrainte exercée : AR10%C Ø ₂ 600°C	36
Figure III.13	Courbe contrainte-déformation AR10%C Ø ₂ 600°C	36
Figure III.14	Représentation des courbes des essais mécaniques pour les différents mélanges calcinés à 600°C	37
Figure III.15	Maximum de contrainte supportée par le matériau en fonction de la granulométrie et du pourcentage en cellulose	38
Figure III.16	Déformation au niveau du maximum de contrainte en fonction de la granulométrie et du pourcentage en cellulose	38
Figure III.17	Evolution du module de Young en fonction de la granulométrie et du pourcentage en cellulose	39
Figure III.18	Histogrammes représentant les résultats obtenus pour la densité	40
Figure III.19	Histogrammes représentant les résultats obtenus pour la porosité	41
Figure III.20	Histogrammes illustrant les résultats obtenus du test de perméabilité	42



Liste des Tableaux

Liste des tableaux

<i>N° Tableau</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
Tableau I.1	Valeurs de la surface spécifique de quelques familles argileuses	8
Tableau I.2	Teneur en cellulose de quelques espèces végétales	11
Tableau II.1	Composition initiale (matières premières utilisées)	17
Tableau III.1	Perte de masse au cours de l'ATG	33
Tableau III.2	Valeurs obtenus pour le coefficient de Young	37
Tableau III.3	Résultats des tests de densité et de porosité	40
Tableau III.4	Résultats obtenus sur le test de perméabilité	42



Liste des Abréviations

Liste des Abréviations

O : Octaédriques.

T : Tétraédriques.

d : Distance inter-réticulaire.

DRX : Diffraction des rayons X.

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

MEB : Microscopie électronique à balayage

ATG : Analyse thermogravimétrie.

CEC : Capacité d'échange cationique (meq/100g).

Φ_1 : Granulométrie de fraction inférieure à 0.1mm.

Φ_2 : Granulométrie de fraction comprise entre 0.1 et 0.14mm

% *M.O* : Pourcentage de matière organique.

AR : Argile.

10%C : 10 pourcent de cellulose.

20%C : 20 pourcent de cellulose.

$^{\circ}\text{C}$: Degré Celsius.

\mathcal{E}_{max} : Déformation au niveau du maximum de contrainte.

σ_{max} : Maximum de contrainte supportée par le matériau.

E : Module de Young.



Introduction générale

Introduction générale

Le mot argile aurait deux origines, l'une grecque par le mot Argos qui veut dire blanc, l'autre latine par le mot argilla (*caillère et al. 1982*) qui signifie terre blanche. L'argile est un matériau naturel qui a été utilisé par l'homme depuis l'antiquité pour la poterie. Son intérêt est considérable dans divers domaines en raison, à la fois de son abondance et de ses propriétés en agriculture, étant donné que tous les sols cultivés en contiennent plus au moins mais parfois en grandes quantités. On sait depuis longtemps que les sols argileux sont fertiles mais souvent difficiles à travailler en raison de leurs propriétés mécaniques. Ces mêmes propriétés font des roches argileuses des substrats difficiles pour le génie civil. Ce sont aussi des matériaux très utilisés dans l'industrie de la céramique, particulièrement. Tous ces domaines très différents les uns des autres font que de nombreux spécialistes de plusieurs disciplines se sont intéressés aux argiles, chacun avec ses connaissances et son vocabulaire. Cela se traduit par une abondante littérature qui relate une grande quantité de travaux de diverses natures. [1]

L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par leur abondance dans la nature, l'importance des surfaces qu'elles développent, la présence des charges électriques sur cette surface et surtout l'échangeabilité des cations inter-foliaires. Ces derniers, appelés aussi cations compensateurs, sont les principaux éléments responsables de l'hydratation, du gonflement et de la plasticité. Ils confèrent ainsi aux argiles des propriétés hydrophiles. [2]

Récoltées à même le sol dans des carrières, on ne trouve pas une mais plusieurs argiles. De part leurs structures spécifiques ainsi que leurs propriétés multiples, les argiles répondent à de nombreuses applications. En effet, l'argile est déformable, transformable, adhérente, coulante, glissante et fixante [3].

En science des matériaux, il est établi qu'un contrôle fin des processus et des paramètres de synthèse permet de maîtriser la porosité des matériaux en jouant sur la taille, la forme des particules ainsi que sur leurs propriétés d'assemblage.

L'argile possède des pores mais reste imperméable pour cela la méthode la plus utilisée pour l'obtention de corps poreux est l'addition d'agents formateurs de pores tels que des poudres (graphite, amidon, cellulose...), des fibres organiques.

L'objectif principal de ce travail a été d'élaborer des matériaux poreux à base d'une argile locale. Ces matériaux peuvent servir comme supports membranaires destinés à la filtration des effluents liquides ou gazeux. La composition minéralogique des argiles est étudiée par la diffraction des rayons X (DRX). Le degré d'hydratation des assemblages argileux est déterminé par analyse thermogravimétrique (ATG). La morphologie des particules et leurs tailles, s'observe plutôt au microscope électronique à balayage (MEB) et

Introduction générale

l'analyse de spectroscopie infrarouge nous informe sur la nature des groupements fonctionnelle et des liaisons chimiques entre les atomes qui constituent l'argile.

L'argile utilisée dans cette étude provient de la région de DRAA EL MIZAN (TIZI-OUZOU). La méthode d'élaboration consiste à mélanger cette argile avec différents pourcentages de cellulose par voie humide dans le but d'obtenir une pâte. La pâte obtenue a subi différents traitements thermiques. L'objectif étant d'améliorer les caractéristiques physiques et mécaniques du matériau final.

Ce manuscrit est subdivisé en trois chapitres :

Un premier chapitre qui comprend une recherche bibliographique divisée en deux parties : une étude sur les argiles, leurs structures et leurs propriétés et quelques propriétés physico-chimiques de la cellulose.

Un second chapitre ou est décrit le protocole suivi pour élaborer les échantillons à base d'argile ainsi que les méthodes utilisées pour la caractérisation de ces derniers.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux. L'effet de certains paramètres tels que la granulométrie, le pourcentage de matière organique et/ou le traitement thermique sur les propriétés physique et mécanique des matériaux élaborés a été discuté.

Enfin le manuscrit se termine par une petite application et une conclusion générale.



Chapitre I

Revue bibliographique



I.1. Introduction :

Le terme roche argileuse, désigne des roches sédimentaires (ou détritiques) à grain très fin contenant au moins 50 % de minéraux argileux auxquels peuvent s'ajouter d'autres minéraux très divers, détritiques ou non (quartz, minéraux carbonatés, silice colloïdale, etc...). Les roches argileuses se présentent macroscopiquement comme des roches tendres (rayables à l'ongle), fragiles à l'état sec et qui se brisent avec une cassure conchoïdale. Ces argiles sont douées alors d'un grand pouvoir absorbant, gonflent à l'eau et deviennent plastiques avant de perdre leur cohésion, elles se dispersent alors dans l'eau et forment une solution colloïdale dont la stabilité dépend à la fois de la nature de l'argile et des caractéristiques physico-chimiques du liquide [4].

I.2. Généralité sur les argiles :

Les argiles se distinguent les unes des autres de par leur composition ainsi que leur structure. D'un point de vue géologique, une argile est un minéral dont la granulométrie est inférieure à 4 micromètres. Les argiles utilisées en thérapeutique sont de nature phyllo silicate, en feuillets hydratés d'alumine finement cristallisés. Les roches argileuses sont caractérisées par leur maille élémentaire. Quatre niveaux d'organisation de l'argile peuvent être distingués. La maille se répète de façon périodique pour former un réseau ou couche tétraédrique et octaédrique d'atomes, une combinaison de couches est appelée feuillet et un empilement de feuillets forme un cristal. Ce réseau cristallin est identifié par diffractométrie des rayons X [3].

Abondants dans les sols, les argiles sont des minéraux qui se caractérisent par une structure en feuillets. Ces feuillets se composent de deux motifs formés à partir de tétraèdres de silice et d'octaèdres d'aluminium. Une ou deux couches tétraédriques s'associent à une couche octaédrique pour former, par empilement, différents minéraux argileux (kaolinite, illite, smectite, chlorite). Les propriétés des argiles, et donc leurs applications, dépendent de leur structure cristalline. [5] **Figure I.1.**

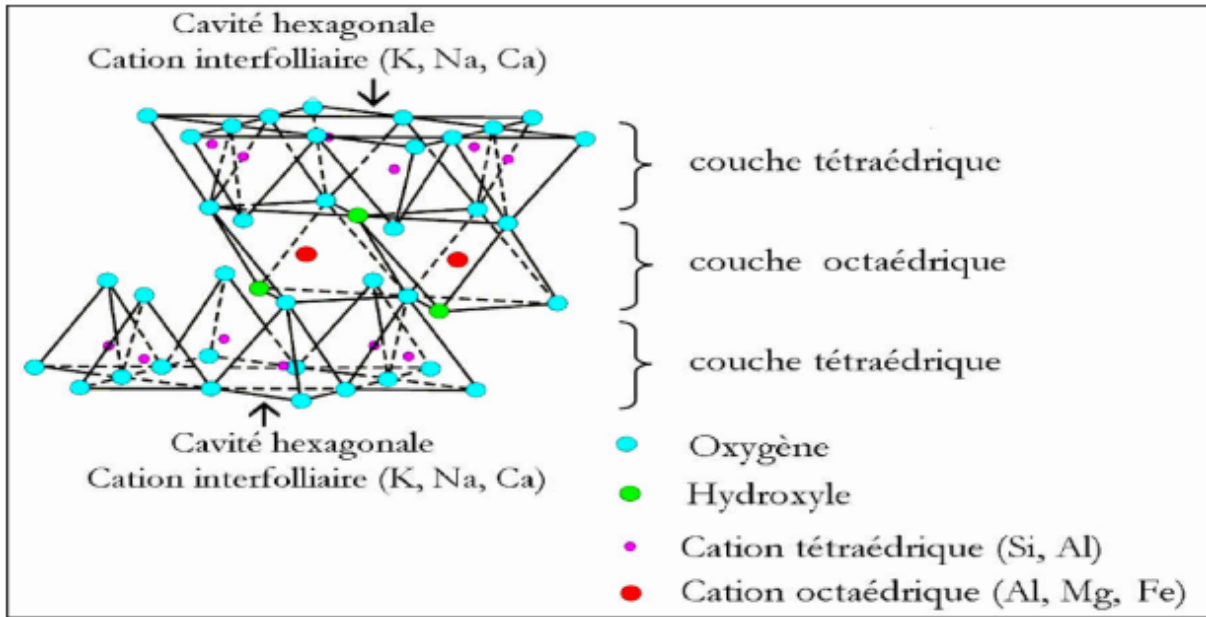


Figure I.1 : structure des feuillets composant l'argile [5]

I.3. Microstructure des argiles :

Les argiles proviennent de l'altération et de la dégradation des roches : altération physique sous l'effet des variations de température, et surtout altération chimique au contact de l'eau qui permet la dégradation en particules très fines. Les conditions dans lesquelles cette dégradation a eu lieu, ainsi que l'état d'avancement de cette dégradation peuvent expliquer la grande diversité des argiles [6].

I.3.1. Structure de base :

Le cristallite (ou unité structurale) est composé d'un feuillet et d'un interfeuillet. Un feuillet est formé de deux ou trois couches. Il existe deux types de couches :

• **La couche tétraédrique (Figure I.2)** est formée de tétraèdre Si^{4+} entourée de quatre anions O^{2-} aux sommets. Son épaisseur est de 4,6 Å et son bilan des charges est - 1

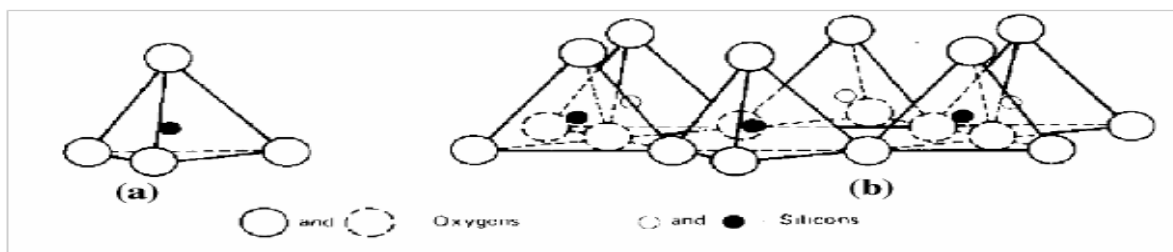


Figure I.2 : a) Unité tétraédrique à cœur de silicium; b) Schéma d'une couche de tétraèdre $[Si_4 O_{10} (OH)_2]_6$ avec arrangement hexagonal. [6]

•La couche octaédrique (Figure I.3) est constituée par Al^{3+} ou Mg^{2+} entourés de six groupes hydroxyle OH^- . Son épaisseur est de 5,05 Å et son bilan des charges +1

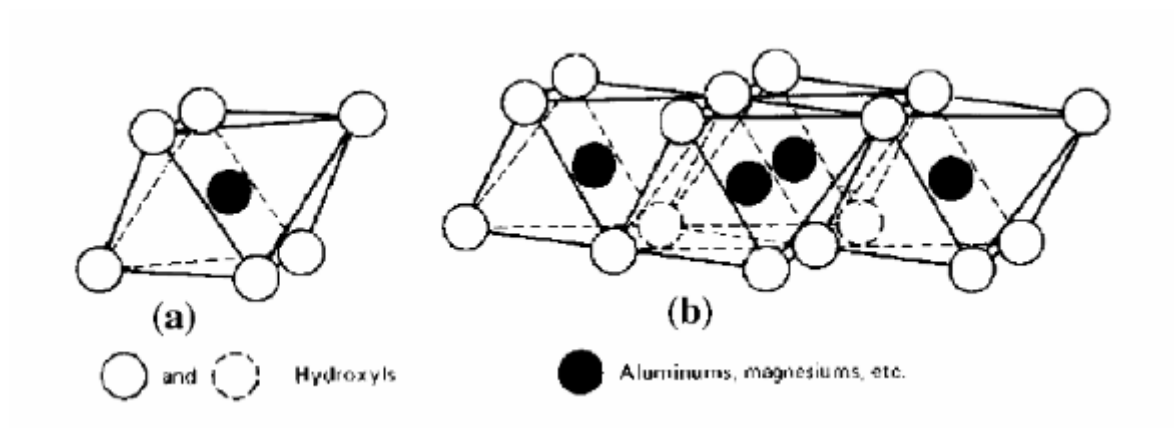


Figure I.3 : a) Unité octaédrique b) Structure en couche à base d'octaèdre de Brucite $Mg(OH)_2$ ou de Gibbsite $Al(OH)_3$. [6]

I.3.2. Classification des argiles :

Les principaux critères de classification des phyllosilicates sont basés sur la combinaison des feuillets, le type de cations dans l'octaèdre et le tétraèdre, la charge de la couche et la nature des espèces dans l'espace interfoliaire [7].

Suivant l'ordre d'empilement des couches octaédriques (O) et tétraédriques (T), les minéraux argileux sont classés en trois types :

I.3.2.1. Minéraux de type 1 :1 (ou T-O) :

À une couche d'octaèdres et une couche de tétraèdres. L'équidistance caractéristique est d'environ 7,1 Å. A ce type correspond le groupe de la kaolinite. Les minéraux de ce type présentent peu de substitutions isomorphiques et ont par conséquent peu ou pas de cations interfoliaires [7]. Cette argile blanche, douce, friable, réfractaire, contient autant d'aluminium que de silicium. Utilisée pour la fabrication de porcelaine et de céramique. C'est une des rares argiles inertes chimiquement [8].

I.3.2.2. Minéraux de type 2 :1(ou T-O-T) :

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 10Å [7]. Par exemple la :

-Montmorillonite : Ce sont des phyllosilicates de formule de base : $4SiO_2Al_2O_3 \cdot 2H_2O$, plus riches en silice que la kaolinite ; l'adsorption d'eau et la fixation de cations sont donc très

marquées [9]. Elles sont appelées argiles gonflantes car sous l'action de l'eau, elles peuvent augmenter leur volume jusqu'à 30% [10].

- Illite : Les argiles illites sont composées de calcium (14%), de fer (9%) et sont pauvres en magnésium. Elles présentent un bon pouvoir d'absorption environ 25 % de son poids et un faible pouvoir d'adsorption. Utilisées pour absorber des impuretés (déchets organiques, micro-organismes...) [11].

I.3.2.3. Minéraux de type 2:1:1(ou T-O-T-O) :

Le feuillet est constitué d'une couche d'octaèdres encadrée par deux couches tétraédriques, et un inter feuillet constitué par une couche d'octaèdres ; l'équidistance caractéristique est alors d'environ 14 Å à ce type correspond le groupe du chlorite : Ce nom leur a été attribué pour leur couleur verdâtre, du grec « chloros » signifiant vert. Des chlorites de couleurs jaune, rouge ou blanche sont également retrouvés. De structure similaire aux illites et smectites, l'espace entre leurs feuillets abrite une couche supplémentaire d'hydroxyde de magnésium, de fer ou d'aluminium... [7], [12].

Ainsi chaque famille argileuse se caractérise par une valeur de distance inter-réticulaire (d) pour les plans (001), Soit : $d = 10\text{Å}$ pour l'Illite, $d = 14\text{Å}$ pour la Chlorite, $d = 7\text{Å}$ pour la Kaolinite et $d = 15\text{Å}$ pour la Smectite (montmorillonite).

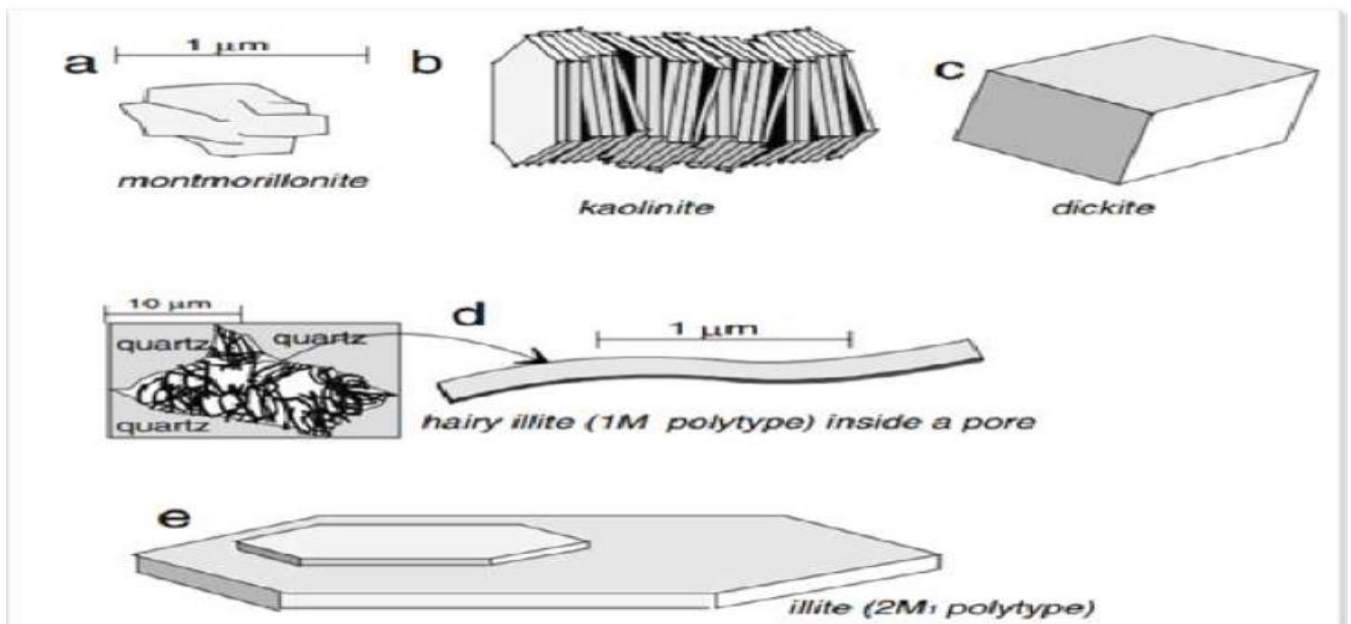


Figure I.4 : Exemples de morphologie de Crystal d'un échantillon d'argile. [8]

I.4. Propriétés macroscopiques :

I.4.1. Argiles tendres et argiles raides :

Du point de vue du comportement et des propriétés mécaniques, les roches argileuses se situent entre les sols et les roches. Certaines roches argileuses sont « tendres » et très déformables ; on parle alors d'argiles « plastiques ». D'autres sont peu déformables, et présentent un comportement plus fragile que ductile au-delà de la limite d'élasticité : ces argiles sont dites raides.

De manière générale ; les argiles dites plastiques présentent une teneur en argile et en eau importante, tandis que les argiles « raides » sont marquées par la présence de carbonates et de quartz qui leur confèrent ce type de comportement. Mais cette tendance n'est pas toujours confirmée : le caractère déformable ou non des roches argileuses est lié à la minéralogie mais aussi à l'état de compaction du matériau. A grande profondeur (quelques centaines de mètres), les argiles sont souvent très compactes. Leur porosité et leur teneur en eau sont alors faibles, tandis qu'elles sont peu déformables et que leur résistance mécanique est élevée.

Ainsi, minéralogie, teneur en eau et profondeur du dépôt sont des indicateurs forts pour le classement des roches argileuses parmi les argiles plastiques ou raides. Il est toutefois difficile de fixer précisément ces critères. Rousset (1988) et Ghoreychi (1997) ont néanmoins tenté une analyse des corrélations entre le comportement mécanique et les caractéristiques de la roche. Il ressort de leurs analyses que :

- la transition entre le matériau tendre et le matériau induré peut être caractérisée par le module de Young, la résistance mécanique et le caractère ductile ou fragile.
- le module de Young est bien corrélé avec la teneur en eau et donc la porosité [6].

I.4.2. Propriétés des minéraux argileux :

Les minéraux argileux se caractérisent par plusieurs propriétés physico-chimiques dont les principales sont :

- La surface spécifique
- La capacité d'adsorption d'eau et de gonflement
- La capacité d'échange cationique [13]

I.4.2.1. La surface spécifique :

Malgré leur taille fine, les argiles possèdent une grande surface spécifique qui dépend de la nature du minéral argileux. La surface totale des argiles comprend une surface externe facilement accessible et une surface interne qui correspond à celle développée par l'espace interfoliaire durant son expansion. Les minéraux de la famille des smectites se caractérisent par une surface spécifique très importante par rapport à celle des autres types d'argiles due à leurs propriétés de gonflements. Elle peut atteindre les 800 m²/g si les particules sont complètement hydratées. Parmi les méthodes les plus utilisées pour déterminer la surface Spécifique, on cite la volumétrie d'adsorption d'azote exploitée par la méthode Brunner, Emmett et Teller (BET). Cette approche consiste à faire adsorber sur une surface argileuse préalablement activée par un traitement thermique, des molécules dont on connaît leur dimension et leurs possibilités d'arrangement. Le diazote N₂ est le gaz le plus utilisé dans cette méthode car aucune interaction spécifique n'intervient durant son mécanisme d'adsorption. Mais ce gaz inerte présente une faible affinité pour les liaisons au niveau de l'espace interfoliaire et par conséquent, il nous permet de mesurer juste la surface externe. Le **Tableau I.1** résume les valeurs standards caractéristiques des surfaces de quelques familles argileuses. [13]

Tableau I.1 : Valeurs de la surface spécifique de quelques familles argileuses. [13]

Argiles	Surface interne (m ² /g)	Surface externe (m ² /g)	Surface totale (m ² /g)
Kaolinite	0	15	15
Illite	5	25	30
Smectite	750	50	800
Vermiculite	750	1	751
Chlorite	0	15	15

I.4.2.2. La capacité de gonflement et d'adsorption d'eau :

Généralement, toutes les argiles possèdent une capacité de rétention des molécules d'eau plus au moins importante. Mais seulement quelques-unes sont capables d'incorporer des quantités appréciables de molécules d'eau dans leur espace interfoliaire. Les Smectite, les vermiculites et les minéraux interstatifiés sont parmi les argiles qui se caractérisent par une

forte capacité d'adsorption d'eau entre les feuillets de leur structure ce qui provoque une variation de leurs volumes et provoque ainsi leur gonflement. Il est à préciser que le gonflement des argiles est tributaire aussi de sa composition puisque ces matériaux sont constitués par des minéraux argileux et d'autres minéraux associés. La texture des argiles joue aussi un rôle primordial dans ce processus d'expansion. [13]

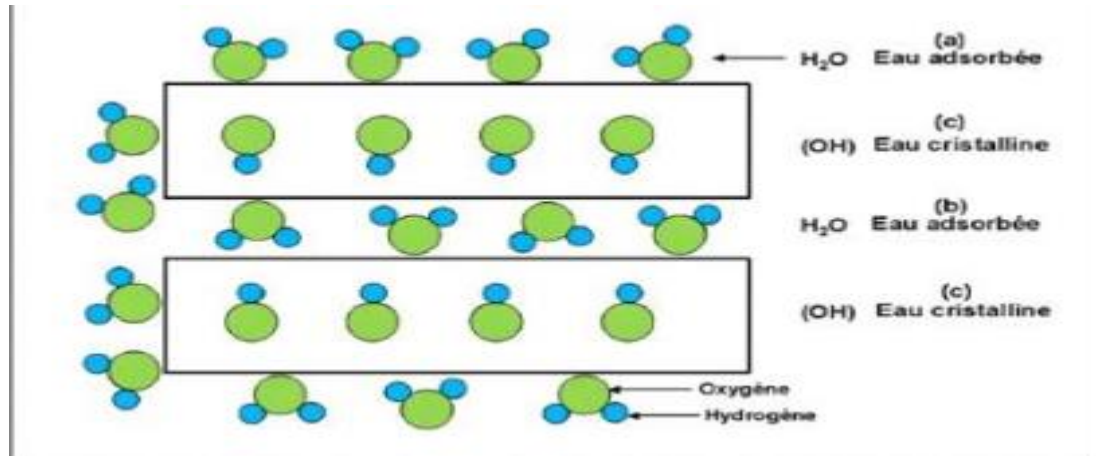


Figure I.5 : localisation de l'eau dans les argiles [5].

I.4.2.3. Capacité d'échange cationique :

Afin d'assurer l'électroneutralité au niveau de l'interface solide-liquide, les charges de surface seront compensées par des ions de charges opposées provenant de la solution, généralement des cations pour les argiles.

La capacité d'échange cationique CEC est définie comme la concentration totale des sites superficiels disponibles aux cations. Ce paramètre est exprimé en quantité de charge par unité de masse (meq/100g). Le principe général d'évaluation de la CEC consiste à mesurer la quantité totale fixée d'un cation indicateur introduit en excès dans une suspension argileuse. Cette mesure est souvent réalisée à pH fixe puisque la CEC est tributaire aussi du pH suite à la présence des groupements silanols et aluminols sur les surfaces latérales susceptibles de se protoner ou de se déprotoner. [13]

I.5. Multiples propriétés et nombreuses applications :

Les propriétés bien particulières des minéraux argileux sont dues à la petite taille, la structure en feuillets et la charge négative des particules. Elles forment avec l'eau des solutions colloïdales qui flocculent lorsque les charges de surfaces des particules sont neutralisées par des cations. Ce phénomène est réversible : les particules retournent à l'état dispersé lorsque les ions sont éliminés par rinçage. Les argiles fixent l'eau par adsorption à leur surface et augmentent de volume par gonflement. Elles constituent ainsi une réserve d'eau. L'argile sèche développe une tension de succion importante pour l'eau qui peut s'opposer à celle des racines des plantes. Avec adjonction croissante d'eau, la tension de succion diminue, l'ensemble eau- argile devient plastique, puis visqueux et finalement les particules d'argiles se dispersent dans l'eau en formant une solution colloïdale. L'argile imprégnée d'eau qui se dessèche se rétracte et se casse par des fentes de retrait. Les minéraux argileux sont donc susceptibles de capter d'importantes quantités de cations présents dans une phase aqueuse mise en leur contact. Ce phénomène de rétention est appelé phénomène d'échange cationique [2]

La capacité d'échange des argiles est utilisée dans de nombreuses applications. En agronomie, par exemple, les argiles sont utilisées pour augmenter l'efficacité des pesticides. Dans l'industrie agro-alimentaire, les smectites sont utilisées pour décolorer les huiles. [5]

I.6. Utilisation des argiles dans l'industrie céramique

De par la structure en feuillet, les argiles se distinguent des autres poudres utilisées en céramique. La surface spécifique élevée de ces minéraux (généralement comprise entre 10-800 m²/ g), l'absence de liaisons coupées (ou pendantes) Si-O-Si sur les surfaces basales et leur structure en plaquettes permettent aux argiles de former avec l'eau des gels, des suspensions colloïdales et surtout des pâtes plastiques. La production des céramiques silicatées s'appuie largement sur cette caractéristique en ce sens qu'elle facilite la préparation de suspensions (homogènes et stables) aptes au coulage de pâtes malléables, et de mise en forme facile, ainsi que de pièces crues présentant une bonne tenue mécanique. [14]

I.7. La cellulose

C'est en 1834 que Anselme Payen réussit à extraire du bois un composé de formule chimique $(C_6 H_{10} O_5)_n$ auquel Brogniart et coll donnent le nom de cellulose en 1839 dans un rapport de l'Académie Française. [15]

La cellulose est le polymère d'origine naturelle le plus abondant sur terre. Cette macromolécule est produite essentiellement par le processus biochimique de photosynthèse. Sa production annuelle est estimée entre 10^{11} et 10^{12} tonnes [16].

La macromolécule de cellulose est présente dans toutes les espèces végétales sous la forme de fibrilles avec des proportions très variables de 15% à 99% le **Tableau I.2** représente la teneur en cellulose de quelques espèces végétales [17]

Tableau I.2 : teneur en cellulose de quelques espèces végétales. [18]

Espèces végétales	Teneur en cellulose (% de la matière sèche)
Coton	95-99
Lin	70-75
Bambou, bouleau (bois), blé (paille)	40-50
Mais	17-20

I.8. Structure de la cellulose :

I.8.1. Structure chimique :

La cellulose est un polysaccharide de la série des β -D-glucanes. Son motif répétitif est le cellobiose : il est constitué de deux β -D-glucopyranoses (glucoses) dans leur conformation chaise 4C_1 unies par une liaison glycosidique β 1-4. [18]

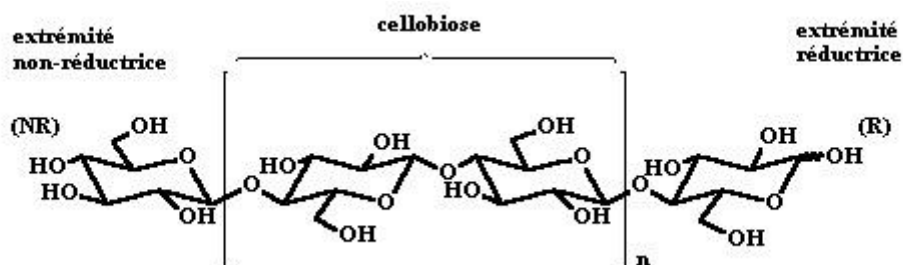


Figure I.6 : Représentation de la chaîne de la cellulose [18]

I.8.2. Structure moléculaire :

Les macromolécules de cellulose sont susceptibles de former de multiples liaisons hydrogène intramoléculaires, mais également intermoléculaires qui s'établissent d'une macromolécule à une autre, à partir des groupements hydroxyles. Les chaînes de cellulose peuvent donc s'associer et ainsi constituer des micro-fibrilles de taille variable, dans lesquelles certaines régions sont hautement ordonnées (zones cristallines) et d'autres moins (zones amorphes). La réunion de ces fibrilles constitue des fibres, forme sous laquelle se présente la cellulose [19].

I.9.Obtention de la cellulose :

La cellulose est le constituant majeur des organismes photosynthétiques. Elle assure la protection et le soutien dans les composés végétaux. Elle se situe majoritairement dans la paroi des cellules végétales, avec une teneur variant de 15% à 99% selon l'espèce. Il existe différentes méthodes pour obtenir de la cellulose comme par exemple l'extraction de la pulpe de bois (principale méthode), ou plus récemment la production de cellulose directement par des bactéries. Ces méthodes sont reprises succinctement ci-après [15].

I.9.1. Cellulose extraite de la pulpe de bois :

La cellulose provenant du bois est la matière première la plus couramment employée pour l'obtention des dérivés cellulosiques. Cependant, ce polysaccharide est intimement lié aux autres polymères pariétaux (lignine, hémicelluloses) par des liaisons de type Van der Waals, mais aussi par des liaisons covalentes (esters ou éthers). L'extraction de la cellulose, appelée généralement « enrichissement en cellulose », se fait donc par désolidarisation de cette matrice polymérique. La teneur en cellulose du bois varie de 40 à 50%, et dépend de l'essence considérée, de la position dans le bois (écorces, bois jeune, bois vieux...), mais aussi des conditions climatiques et géographiques. Cet enrichissement a lieu en général dans des conditions assez contraignantes (solvants organiques, températures élevées...) et entraîne la formation de déchets et des risques de pollution (ex : industrie papetière) [15].

I.9.2. Cellulose bactérienne :

La production de cellulose bactérienne a été mentionnée la première fois en 1886 par A.J. Brown. La cellulose peut être synthétisée à partir de glucose, de glycérol et d'autres substrats organiques, par des bactéries de type *Acetobacter xylinum*.

La production de cellulose par des cultures en laboratoire est très intéressante pour avoir accès à de la cellulose pure en des temps très courts (1 à 4 jours). En effet, en définissant les conditions opératoires, il est possible de s'affranchir des variables (origine végétale, climat...), et ainsi obtenir une cellulose aux caractéristiques (degré de polymérisation, taux de cristallinité...) identiques et reproductibles [15].

I.9.3. Cellulose microcristalline :

La cellulose microcristalline est une cellulose purifiée et partiellement dépolymérisée. Cette cellulose est obtenue par une hydrolyse contrôlée à 105°C avec des acides minéraux de l'alpha-cellulose provenant directement de fibres végétales. Plusieurs filtrations et lavages sont ensuite nécessaires pour purifier la suspension de cellulose. La structure fibreuse est ainsi détruite pour redonner une structure particulière. Le changement de morphologie est induit par l'hydrolyse préférentielle des chaînes cellulosiques des zones amorphes. Ainsi, la cellulose microcristalline possède un haut degré de cristallinité (de 50 à 82%) et un degré de polymérisation plus faible compris entre 150 et 350. Les conditions d'obtention de la cellulose microcristalline, qui restent généralement confidentielles, influencent considérablement la pureté du produit final [15].

I.10. Activation et dissolution de la cellulose :

De par sa structure, la cellulose n'est pas aisément modifiable. Ce polysaccharide ne présente pas de phénomène de fusion et se décompose avant de fondre. De plus, il est insoluble dans les solvants organiques classiques et dans l'eau. La dissolution de la cellulose est donc un problème complexe, puisque la pénétration d'un solvant ne peut se faire que par la rupture des liaisons hydrogène intermoléculaires. Ces raisons font qu'une étape d'activation est nécessaire pour procéder à la modification de la cellulose. Un des traitements les plus classiques consiste en l'immersion de la cellulose pendant une minute dans une solution acide diluée, suivie d'une filtration et du séchage du résidu à 40°C. Ce traitement conduit à « l'hydrocellulose de Girard », une cellulose partiellement hydrolysée. Les réactions chimiques se font ensuite en phase hétérogène, ce qui peut entraver le contrôle de la modification, puisque cette dernière aura lieu à l'interface solide/liquide, ou solide/solide, ou encore solide/gaz [15].

I-11-Propriétés physico-chimique de la cellulose :

Les fibres de cellulose possèdent un diamètre moyen qui varie de 15 à 30 μm selon leur origine et leur mode de fabrication [20]. Elles sont très rigides et sont considérées comme de bons isolants thermiques et acoustiques. Elles présentent également de bonnes qualités absorbantes. La conformation spatiale de la cellulose détermine ses propriétés physiques et chimiques. La cellulose, insoluble à la fois dans les solvants organiques classiques et dans l'eau, se dégrade dès 100 °C en se dépolymérisant. Elle présente également une bonne résistance aux acides dilués, aux alcalins ainsi qu'aux huiles et graisses. La cellulose résiste à la corrosion, à la vermine et aux moisissures (notamment lors de l'ajout de sels boriques). Pour solubiliser la cellulose, il est nécessaire d'utiliser des solvants complexes et atypiques :

- les solvants aqueux, et notamment des solutions aqueuses très concentrées d'acides (sulfurique, nitrique...), de bases (potasse, hydrazine...), de sels (iodure de potassium) ou de N-méthylmorpholine-N-oxyde.
- les systèmes de solvants à base de diméthylsulfoxyde (DMSO).
- les systèmes de solvants contenant un halogénure de lithium, le plus souvent il s'agit de chlorure de lithium, mais également de bromure de lithium associé à du N,Ndiméthylacétamide [19].

La cellulose est une matière première industrielle importante. Les fibres de cellulose sont utilisées sous forme de fibres brutes pour la fabrication de pâte à papier. Elles sont également employées après transformation dans l'industrie chimique pour la fabrication de matières plastiques : acétate de cellulose, celluloïd, cellophane, rhodoïd... ainsi que dans la fabrication de fibres textiles artificielles : acétate de cellulose, viscose...

Les fibres de cellulose transformées sont, par ailleurs, utilisées comme précurseurs pour la production de fibres de carbone [19].

I-12-Travaux réalisés dans le domaine :

Plusieurs auteurs ont élaboré des matériaux à base d'argile mélangés à de la matière organique. Le but étant d'obtenir des supports poreux qui ont été caractérisés par différentes techniques. Parmi ces études, on peut citer :

- Younes Anbria et al (2007), Ont réalisé des supports plats à base d'argile à l'aide d'additifs organiques, qu'ils ont alors caractérisés par diverses techniques afin d'obtenir des membranes semi-perméables qui ont la capacité de retarder ou d'empêcher le passage

d'espèces ioniques chargées lors du mouvement d'espèces non chargées. Les auteurs présentent l'évolution des diamètres des pores et leurs distributions selon plusieurs paramètres expérimentaux. La poudre d'argile a été caractérisée par différentes méthodes. Les résultats montrent que l'additif organique favorise le diamètre moyen des pores de l'argile naturelle mesuré à toutes les températures testées jusqu'à 700°C. Le diamètre médian des pores augmente avec la température finale de cuisson. Entre 1050 et 1100°C. On observe une augmentation importante du diamètre moyen. Cette étude a permis de développer avec succès des membranes de silicate sur un support d'argile marocain présentant une porosité attractive pouvant être exploitée dans plusieurs applications [21].

➤ Nourlyaguin El Qacemi et al (2018) ont réalisé de nouveaux supports de membrane à base d'argile naturelle mélangée à des additifs organiques (amidon) avec de l'eau. Les analyses chimiques par fluorescence X et DRX ont révélé une forte présence de silice ; des traitements thermiques allant de 900° à 1100°C ont été effectués, les auteurs ont constaté que les meilleures conditions pour préparer le support étaient pour une température de cuisson de 950°C à cette condition la porosité est de 44% et la résistance mécanique est de 12MPa. Les résultats de résistance à la corrosion ont montré que le support a mieux résisté en milieu basique qu'en milieu acide [22].

➤ Nurulain et al (2017) ont étudié l'influence des macro-argiles en termes de propriétés physiques et rhéologiques et de leur effet sur les performances du mélange d'asphalte poreux. Différents pourcentages massiques de macro-argile (kaolin) (allant de 2% à 8%) ont été utilisés. L'ajout du kaolin améliore les propriétés du bitume. En effet, l'addition de macro-argile (4%) améliore la dureté du bitume, diminue sa résistance à la pénétration, réduit la viscosité et augmente l'élasticité [23].

➤ Vladimir Morozov et al (2018) ont étudié l'effet du séchage sur la composition chimique des phases qui constituent l'argile. Les argiles étudiées avaient des teneurs en carbonates variées. Les auteurs ont utilisé un diffractomètre à rayons X. Les échantillons ont été chauffés de 25 à 1200°C. Morozov et al ont constaté que en dessous de 1000°C aucune phase minérale nouvelle ne se forme toutefois certaines phases disparaissent (montmorillonite $(\text{Na, Ca})_{0,3}(\text{Al, Mg})_2\text{SiO}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) ; (dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) ; (chlorite $(\text{Fe, Mg, Al})_6(\text{Si, Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$) ; et calcite CaCO_3). Au-delà de 1000°C de nouvelles phases apparaissent (oxyde de silicium métastable CaO ; la larmite Ca_2SiO_4 ; akermanite $\text{Ca}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$; wollostonite CaSiO_3 et diopside stable CaMgSi_2) [24].



Chapitre II

Matériels et méthodes

Le présent chapitre est consacré à la description du protocole expérimental suivi pour élaborer les différents matériaux ainsi que les techniques d'analyse utilisées pour caractériser au mieux ces matériaux

II.1. Protocole expérimentale :

Afin de préparer les échantillons à base d'argile destinée à cette étude nous avons utilisé une argile locale prélevée d'un gisement situé dans la région de DRAA EL MIZAN (région de TIZI OUZOU-ALGERIE) de couleur verdâtre, mélangé à de la cellulose qui est un agent formateur de pores.

L'argile utilisée a subi des traitements préliminaires :

- Concassage des roches d'argile en petits morceaux.
- Séchage dans l'étuve à 80°C pendant 48 heures.
- Broyage des morceaux de l'échantillon argileux dans un broyeur électrique.
- Tamisage de la poudre d'argile en utilisant deux tamis de granulométrie 0,1mm et 0,14mm. Deux fractions ont été obtenues : $\emptyset_1 < 0,1\text{mm}$ et $0,1\text{mm} < \emptyset_2 < 0,14\text{mm}$.

La cellulose utilisée a été fournie par RIDEL-DE HAEN AG SEELZE-HANNOVER.



Figure II.1 : broyage et tamisage de l'argile.

Protocole suivi pour la préparation des échantillons cylindriques :

La poudre d'argile a été mélangée manuellement à un polymère organique (cellulose) à différentes doses. La quantité d'eau rajoutée dépend de la granulométrie de la poudre : 4ml d'eau pour 10g de mélange dans le cas de la grosse granulométrie et 5ml d'eau pour 10g de mélange dans le cas de la fine granulométrie.

Tableau II.1 : composition initiale (matières premières utilisées).

Granulométrie	$\text{Ø}_1 < 0,1\text{mm}$	$0,1\text{mm} < \text{Ø}_2 < 0,14\text{mm}$
% M.O (cellulose)	- 10 % massique - 20 % massique	- 10 % massique - 20 % massique
Solvant	Eau	Eau
Température de calcination (°C)	600 ,800 et 1000°C	600 ,800 et 1000°C

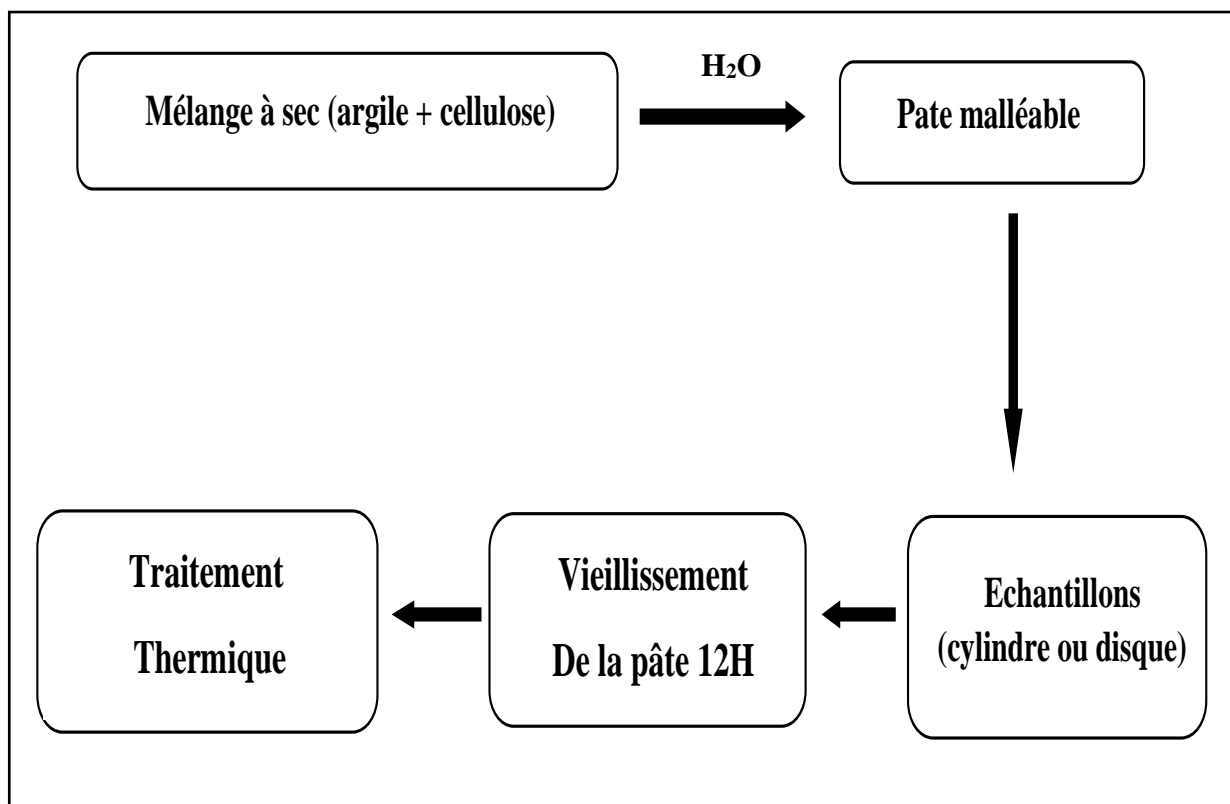


Figure II.2 : Schéma du processus de préparation des supports à base d'argile.

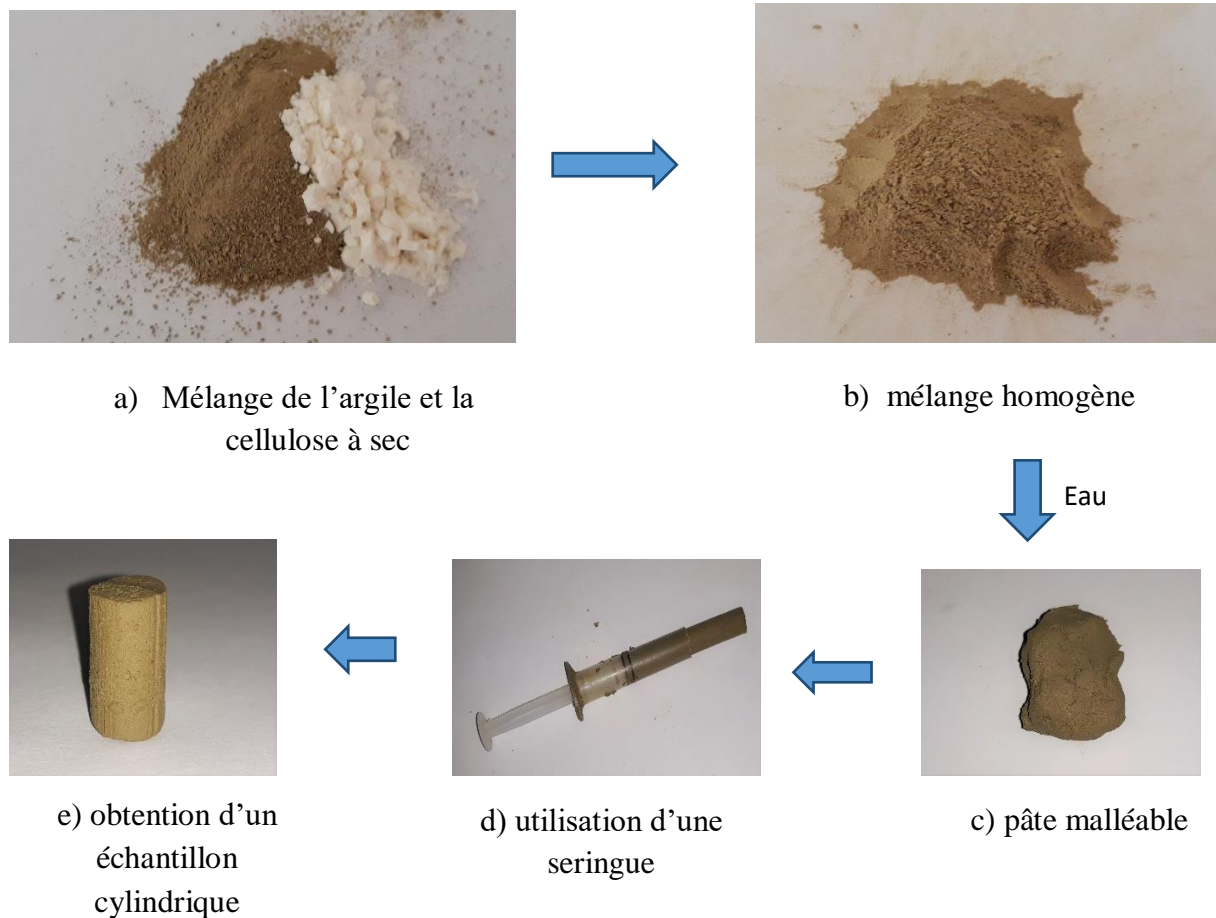


Figure II.3 : Illustrations montrant le processus suivi pour l'élaboration des échantillons cylindriques.

Afin de procéder aux analyses voulues 03 sortes d'éprouvettes à l'aide d'une seringue ont été réalisé :

- 1) Des éprouvettes cylindriques de 10 mm de diamètre et 15mm de hauteur de 10% et 20% de cellulose pour 10g de poudre (argile + cellulose) ont servi pour les analyses de porosité et de densité. Ainsi que celles pour la DRX, IR, et MEB (réduit à l'état de poudre).
- 2) Des éprouvettes cylindriques de 23mm de diamètre et de 25mm de hauteur de 10% et 20% de cellulose ont servi pour les essais mécanique (évaluation du module de Young).
- 3) Des disques de 10mm de diamètre et 1mm d'épaisseur ont servi pour les mesures de perméabilité.

Les échantillons ont ensuite été calcinés à différentes températures (600,800,1000°C) suivant les schémas suivant :

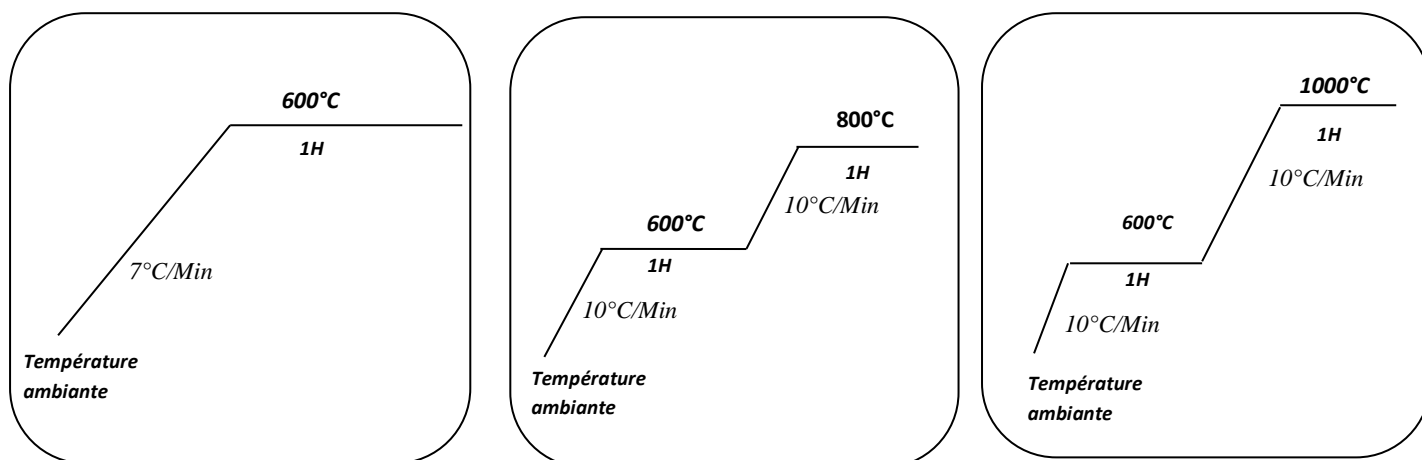


Figure II.4 : Conditions opératoires utilisées pour le traitement thermique.

II.2. Techniques de caractérisations :

Plusieurs techniques ont été utilisées dans ce travail pour déterminer les propriétés physico-chimiques de l'argile employée et des matériaux élaborés à savoir : la diffraction par Rayons X (DRX), la spectroscopie Infra Rouge à transformée de Fourier (IRTF), l'analyse thermique gravimétrique (ATG), la microscopie électronique à balayage (MEB), et les essais de compression afin d'établir le module de Young.

II.2.1. La diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons (DRX) permet de caractériser la structure des matériaux cristallins tels que les argiles [16]. C'est une technique utilisée de façon préférentielle dans la caractérisation minéralogique d'un matériau cristallin [25].

Principe de la diffraction des rayons X :

Les rayons X sont diffusés sans perte d'énergie par des particules de la matière chargée électriquement et principalement par les électrons. Dans les solides cristallins où les particules sont disposées de façon périodique, la quantité de rayonnement dispersée n'est importante que dans les directions pour lesquelles les rayons diffusés sont en phase. On dit alors qu'il y a diffraction [25].

Le faisceau des rayonnements X de longueur d'onde λ qui tombe sur le jeu des plans réticulaires sous un angle α et dont ce faisceau incident se réfléchit sous le même angle pour qu'il y ait diffraction, il faut que les ondes réfléchies par un jeu de plans parallèles d'intervalles de « d » dit distance inter-réticulaire [4].

Lorsqu'un rayon X de longueur d'onde λ frappe sous un angle θ l'ensemble des plans réticulaires du corps cristallin de l'argile, séparés par une distance d, un phénomène de diffraction surgit donné par la relation dite loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin\theta \dots\dots\dots [26]$$

Où :

λ : La longueur d'onde du faisceau incident ($\lambda = 1,54181 \text{ \AA}$ pour la raie $\text{CuK}\alpha$)

d : La distance inter-réticulaire entre les plans diffractants (Å)

θ : L'angle entre le faisceau incident et les plans diffractants (deg°) [26]

II.2.2. La spectroscopie infrarouge :

La spectroscopie infrarouge est une technique qui permet de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans une molécule [27]. En effet, l'expérience montre que certaines fréquences de vibration, dites « fréquences de groupe », sont caractéristiques de la présence d'un groupement chimique dans la molécule étudiée [28].

Appareillage et protocole :

L'appareillage utilisé est un spectroscope infrarouge à transformée de Fourier. Il est constitué de quatre éléments fondamentaux : la source infrarouge, un interféromètre, un détecteur et l'électronique de calcul [28].

II.2.3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB) :

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. La caractérisation par la microscopie électronique à balayage permet d'étudier l'état de surface des matériaux par observation directe des diagrammes (images), et d'en déduire le degré de rugosité de la

surface. D'après Feng (Ning-chuan et al 2012) les micrographes électroniques à balayage indiquent clairement la texture extérieure et la morphologie de l'adsorbant [7].

II.2.4. Mesure de la porosité :

La détermination de la porosité permet d'évaluer le pourcentage du « vide » dans le matériau. Elle est due alors à la présence dans la structure du solide des pores, de canaux et des cavités de différentes dimensions. Elle influence la diffusion des molécules à l'intérieur des solides. La détermination de la porosité permet d'évaluer le pourcentage du vide dans le matériau [29].

Afin de déterminer la porosité par la méthode d'Archimède en utilisant de l'eau distillée à 20°C. L'échantillon cylindrique sec, est pesé pour déterminer sa masse à sec (notée m). L'échantillon est ensuite plongé dans de l'eau distillée à 20°C durant 24h. Une fois retiré, l'échantillon est épongé légèrement avec un tissu en coton humidifié, pour enlever toutes les gouttes d'eau de sa surface externe, et pesé pour déterminer sa masse saturée (notée ms). Pour déterminer son volume, il est plongé, à l'état saturé, épongé chaque fois, cinq fois dans un flacon d'eau distillée à 20°C. Son volume V est pris égal à la moyenne des cinq volumes déplacés, mesurés. La porosité apparente (P) est donnée par la relation [30] :

$$P(\%) = \frac{m_s - m}{V} * 100 \%$$

II.2.5. Mesure de la densité :

La densité ou densité d'un corps ou densité relative d'un corps est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps pris comme référence. Pour les liquides et les solides, le corps de référence est l'eau pure à 4 °C. La densité est une grandeur sans dimension.

Mesure de la masse de chaque échantillon :

Peser la masse m de chaque échantillon (choisir judicieusement le nombre de morceaux permettant une précision suffisante) à l'aide de la balance fournie.

Mesure du volume de chaque échantillon :

Mettre un volume V d'eau dans l'éprouvette graduée à l'aide d'un bécher Ajouter l'échantillon. Noter le volume V' Le volume de l'échantillon est $V'-V$.

Calcul de la densité :

On utilise une technique simple qui se fonde sur le fait que la masse volumique d'un échantillon est égale à sa densité par rapport à l'eau ($1 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$). La valeur $m/V_{\text{écha}}$ exprimée en grammes par centimètre cube correspond à la masse volumique de l'échantillon. La densité s'exprime sans unité.

$$d_A = \frac{m}{V}$$

Afin de déterminer la porosité et la densité de ce matériau, 12 échantillons de 15mm de hauteur et 10mm de diamètre de granulométrie \emptyset_1 et \emptyset_2 et de 10 et 20% de cellulose calcinés à 600, 800 et 1000°C sont plongés dans des éprouvettes remplies de 5ml d'eau distillée pendant 24h. Voir la **Figure II.5**

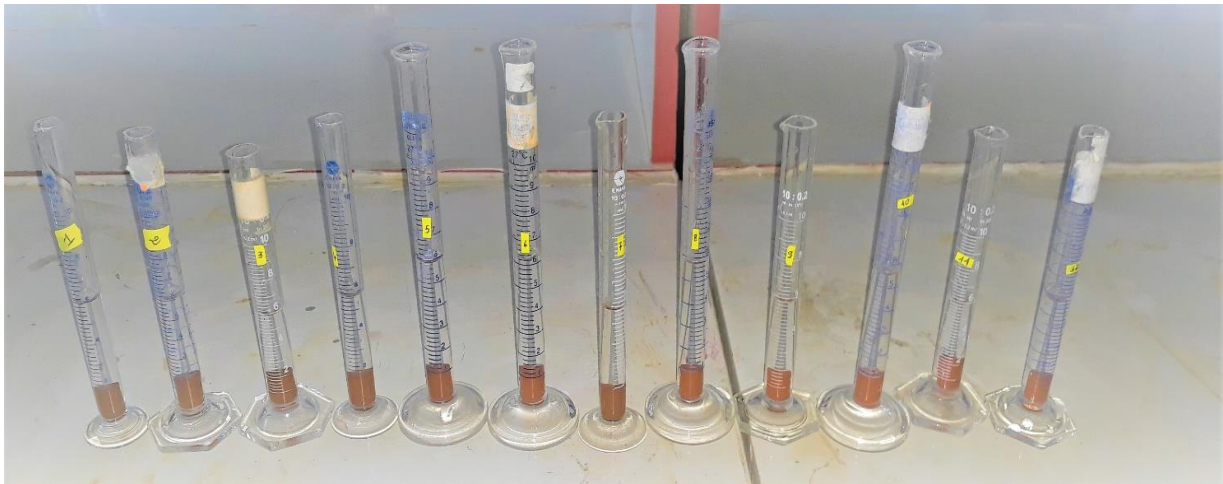


Figure II.5: Dispositif utilisé pour la mesure de la densité et de la porosité.

II.2.6. Mesure du module de Young :

Le module de Young ou module d'élasticité longitudinale est un rapport entre la contrainte de traction appliquée à un matériau, et la déformation qui en résulte (un allongement relatif) est constante, tant que cette déformation reste petite et que la limite d'élasticité du matériau n'est pas atteinte. Le module de Young est la contrainte mécanique qui engendrerait un allongement de 100% de la longueur initiale d'un matériau (il doublerait donc de longueur), si l'on pouvait l'appliquer réellement : dans les faits, le matériau se déforme de façon permanente, ou se rompt, bien avant que cette valeur soit atteinte. Il ne faut pas

confondre élasticité et rigidité puisque la rigidité d'une poutre par exemple dépend de son module de Young mais aussi du moment d'inertie de sa section [31].

La limite d'élasticité :

Expérimentalement, on a défini pour chaque matériau une contrainte limite admissible au-delà de laquelle la pièce subit des détériorations de ses caractéristiques mécaniques, dimensionnelles, voire une rupture. Donc il faut vérifier que les contraintes engendrées par les sollicitations extérieures ne dépassent pas la contrainte limite admissible par le matériau. Le calcul des contraintes sert à évaluer la tension dans la matière.

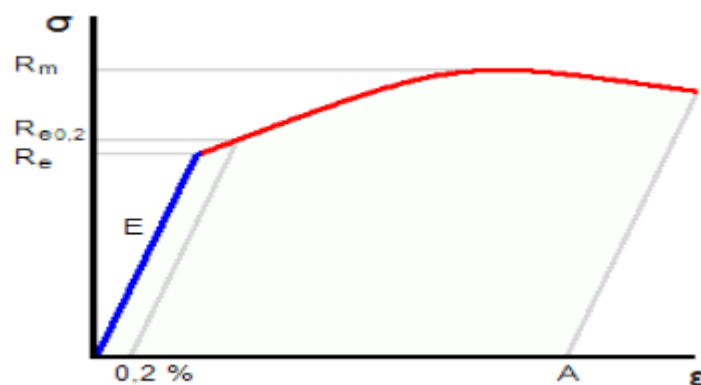


Figure II.6 : La courbe contrainte-déformation [31]

La limite d'élasticité est la contrainte à partir de laquelle un matériau commence à se déformer de manière irréversible. C'est la zone en rouge sur le graphique dans la **Figure II.6** au-delà du domaine élastique E représenté en bleu au-delà duquel l'augmentation de la contrainte donne une déformation à la fois linéaire en fonction de cette contrainte et réversible à la suppression de cette contrainte. Les déformations subies au-delà de la limite d'élasticité restent permanentes. Elles se mesurent ou se vérifient habituellement à l'aide d'un essai de traction [29].

II.2.7. Analyse thermogravimétrique (ATG) :

Elle permet d'établir la courbe d'analyse thermo pondérale des argiles étudiées, c'est à dire la courbe donnant la perte du poids de l'échantillon en fonction de la température à laquelle il est soumis. Un thermo balance permet de suivre cette variation en continu, en fonction d'une montée en température programmée. Pour de telles analyses, la vitesse de montée en température reste constante dans le domaine de température étudiée [32] [33].

II.2.8. Mesure de la perméabilité :

L'évaluation de la perméabilité est un point crucial dans l'étude du comportement Thermo-Hydro-Mécanique des argiles à grande profondeur, car ces formations argileuses peuvent être utilisées pour le stockage des déchets radioactifs [34].

La perméabilité d'un milieu poreux mesure son aptitude à se laisser traverser par un fluide sous l'effet d'un gradient de pression ou d'un champ de gravité. Il est d'usage de mesurer la perméabilité en calculant la quantité d'eau écoulée à travers le sol pendant un temps donné. On l'exprime généralement soit en tant que taux de perméabilité, en centimètres par heure (cm/h), en millimètres par heure (mm/h) ou en centimètres par jour (cm/j), soit en tant que coefficient de perméabilité, en mètres par seconde (m/s) ou en centimètres par seconde (cm/s).

La taille des pores du sol a beaucoup d'importance en ce qui concerne le taux d'infiltration (pénétration de l'eau dans le sol) et le taux de percolation (déplacement de l'eau à l'intérieur du sol). La taille et le nombre des pores dépendent étroitement de la texture et de la structure du sol et influent également sur sa perméabilité.

Afin d'effectuer le test de perméabilité on a réalisé 4 disques de 25mm de diamètre et 1mm d'épaisseur calciné à 1000°C de granulométrie \emptyset_1 et \emptyset_2 et de pourcentage de 10 et 20% de cellulose. **Figure II.7.**

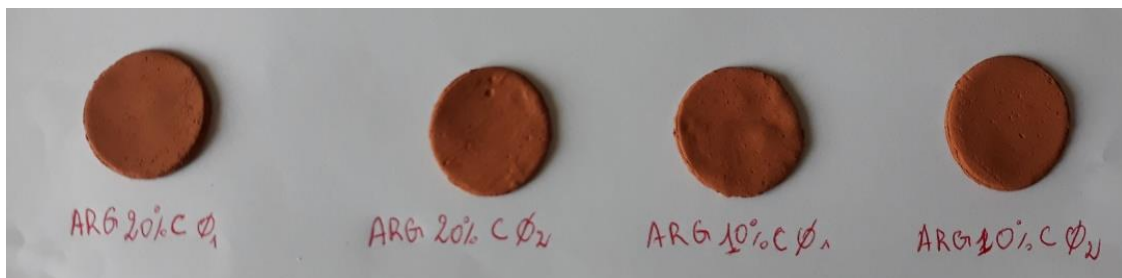


Figure II.7 : représentation des disques d'argile utilisés pour le test de perméabilité.

On a ensuite mis le disque entre deux bouchons sectionnés à la base. On a Collé les deux bouchons à l'aide d'une colle en silicone et laissé sécher pendant toute une nuit. **Figure II.8**



Figure II.8 : représentation des disques dans les bouchons.

Nous avons rempli 4 bouteilles avec 300ml d'eau distillée qu'on a refermé avec le dispositif en bouchons confectionnés, en faisant disposer des bouteilles inversées sur le gollot des premières à l'image d'un sablier. Ces bouteilles disposées inversement sont perforées à la base de chacune dans le but de laisser l'air y pénétrer. **Figure II.9.**

Le test a duré 14h. Les volumes d'eau récupérés ont été mesurés à l'aide d'une éprouvette graduée.

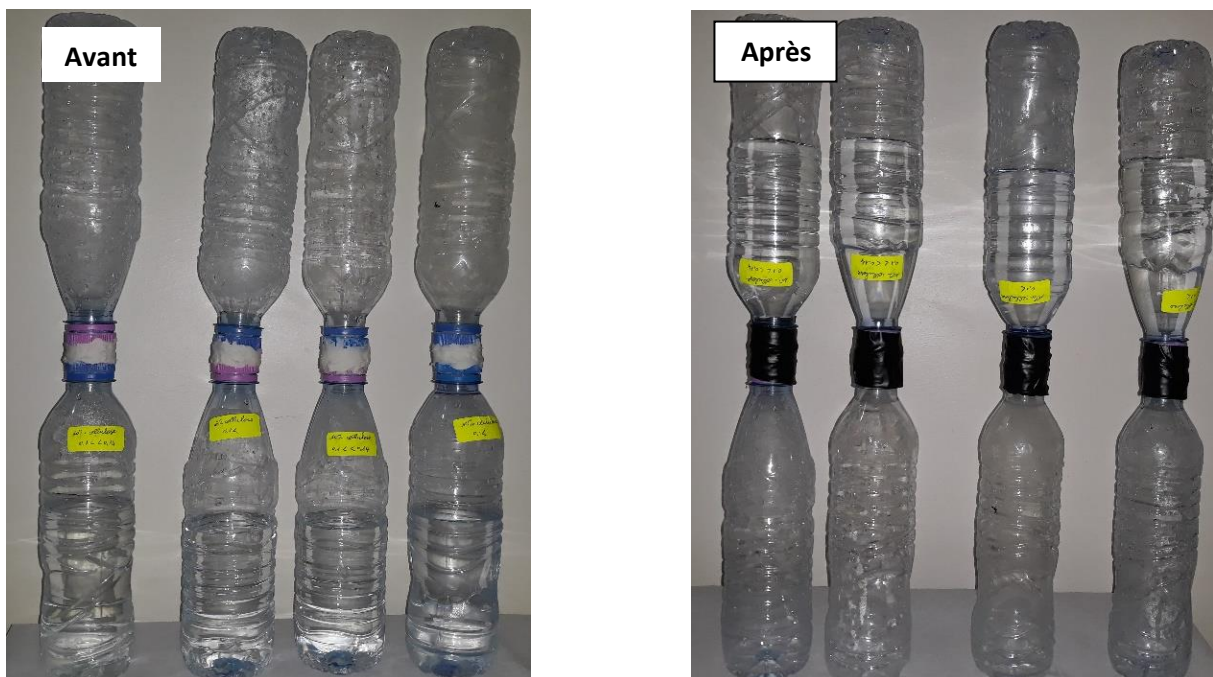


Figure II.9 : dispositif utilisé pour mesurer la perméabilité.

Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons décrit les matériaux utilisés comme supports aux travaux réalisés pendant ce projet de fin d'étude. Les différentes techniques de caractérisation physico-chimique, structurale, microstructurale, thermique et mécanique ont été également décrites.



Chapitre III

Résultats et discussions

Caractérisation du matériau utilisé et des matériaux élaborés

III.1. Diffraction des rayons X :

Les diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) ont été enregistrés à la température ambiante dans la plage 2θ entre 2 et 60 ° avec un diffractomètre Siemens D5000 utilisant une anticathode en cuivre Cu K α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) à 40 kV et 40 mA. L'indexation des pics de diffraction et l'identification des phases ont été effectuées à l'aide du logiciel High Score (version 3.0 d).

Les Diffractogrammes ont été obtenus à partir des échantillons désorientés ou placés directement sous forme de poudre dans un porte-échantillon classique. Le diagramme des RX de l'argile brute est illustré par la **Figure III.1**. L'analyse spectrale indique qu'elle est composée de Quartz (SiO_2), Calcite (CaCO_3), Kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), et de Micas ($\text{K}(\text{Mg},\text{Cr},\text{Li},\text{Al})_{2-3}((\text{Al},\text{Fe})\text{Si}_3\text{O}_{10})(\text{OH},\text{F})$). L'analyse révèle principalement la présence de deux pics intenses, l'un correspond à la Calcite et l'autre à un mélange de Quartz, et de Kaolinite. Ceci prouve que notre argile est composée de plusieurs phases.

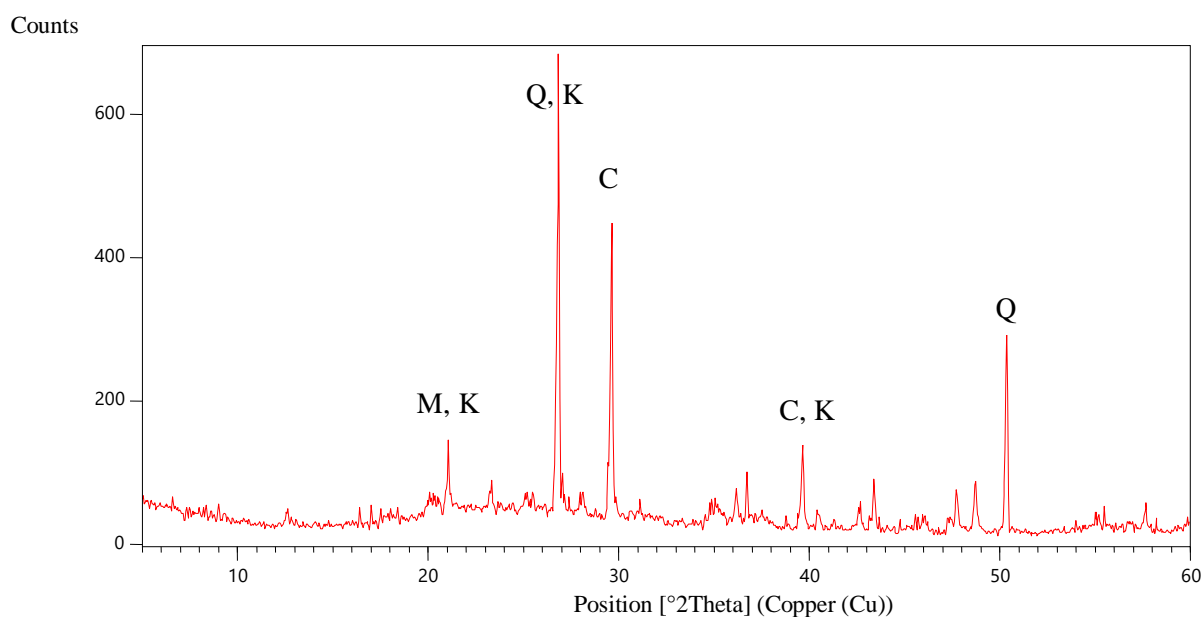


Figure III.1: Diffractogramme X de l'argile brute, avec K = Kaolinite, M =Micas, Q = Quartz, C=calcite.

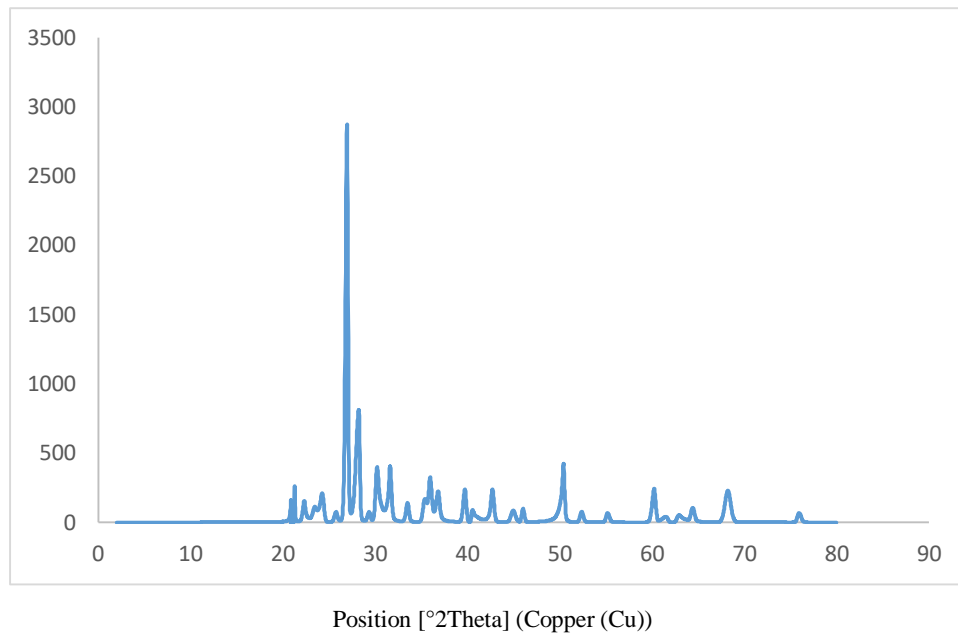


Figure III.2 : Diffractogramme X du mélange d'argile 10%C Ø₂800°C.

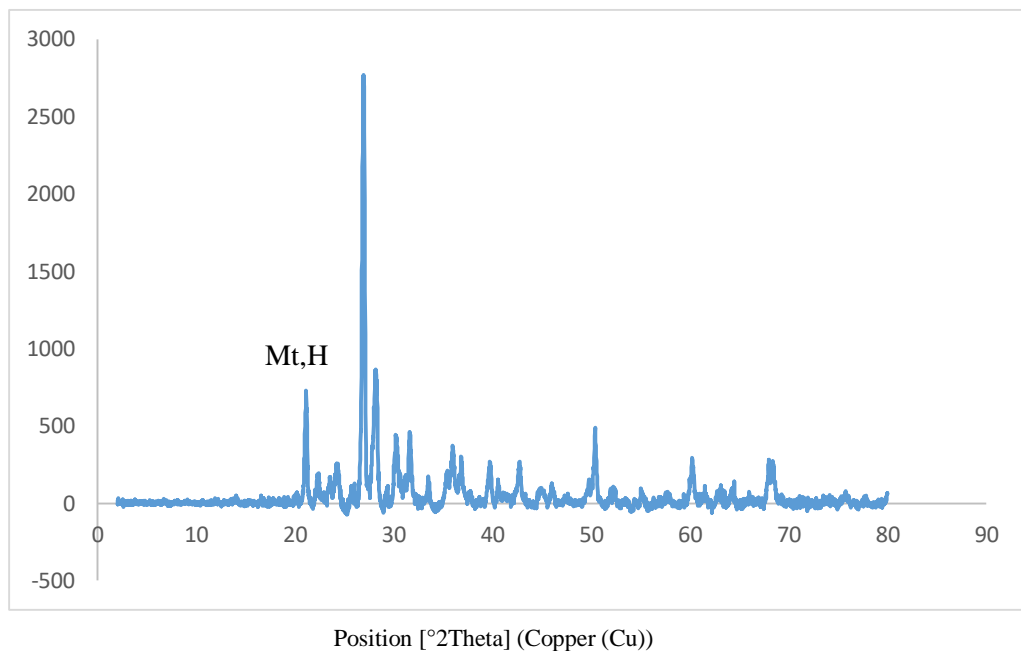


Figure III.3 : Diffractogramme X du mélange d'argile 10%C Ø₂1000°C.avec H : hématite et Mt : magnétite.

En comparant l'analyse DRX de l'argile brute avec celle des mélanges à 10%CØ₂ calcinés à 800 et 1000°C on constate que certains minéraux ont disparus tandis que d'autres se sont formés. En-dessous de 1000°C aucune phase minérale nouvelle ne se forme toutefois certaines phases disparaissent (Micas et la kaolinite). A 1000°C de nouvelles phases apparaissent telle que la magnétite (Fe₃O₄) et l'hématite (Fe₂O₃). Ce qui confère aux échantillons une résistance mécanique accrue.

III.2. Spectroscopie infra-rouge :

Les spectres infrarouges à transformée de Fourier (FTIR) de type « Perkin Elmer » pilotés par un micro-ordinateur ont été effectués à l'aide d'un appareil de type Nicolet 6700 FTIR-CsI, comprenant un module ATR avec un cristal de diamant dans la gamme des nombres d'onde de 500 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} .

Principales bandes IR caractéristiques de l'argile brute utilisée :

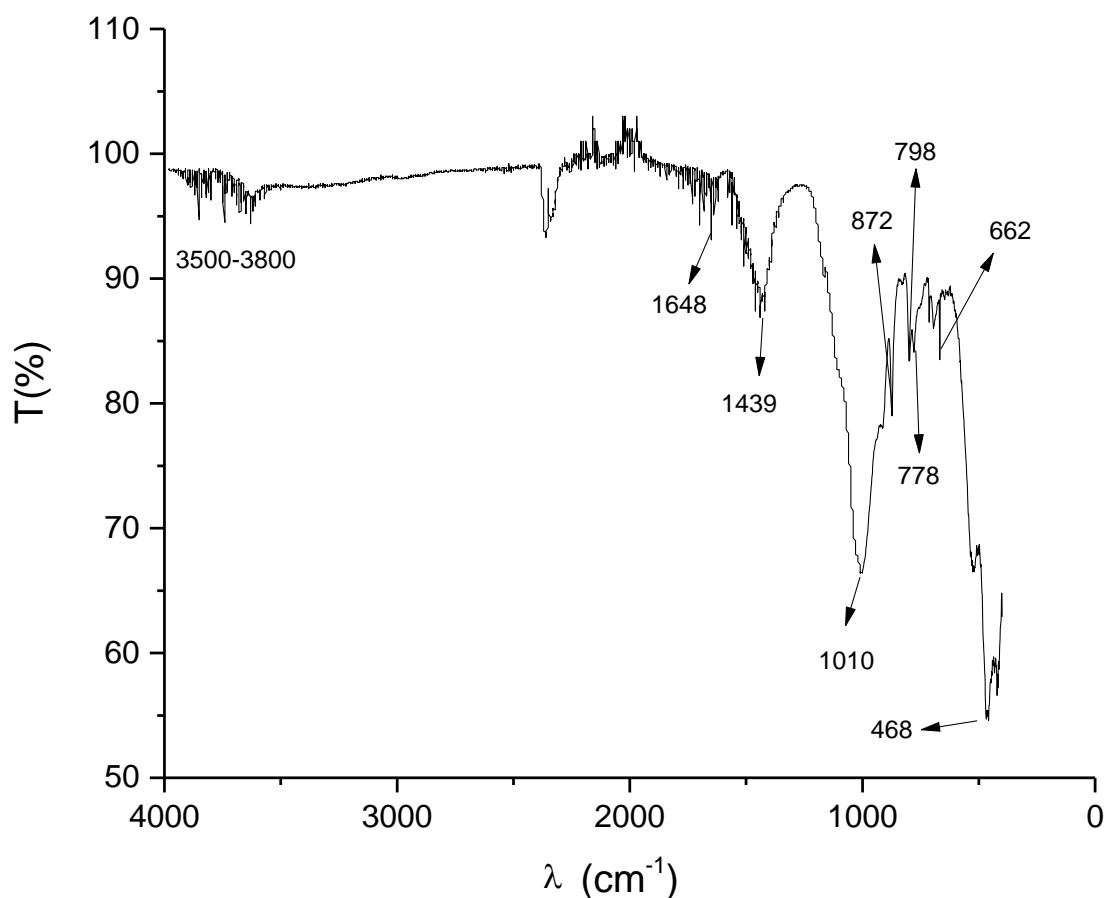


Figure III.4: spectre Infra Rouge d'une argile brute.

La spectroscopie infrarouge a été utilisée pour compléter l'analyse de l'échantillon d'argile. Le spectre obtenu est illustré par la **Figure III.4**. On constate :

-La bande qui s'étale entre $1600\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$ peut être attribuée aux vibrations de valence du groupement OH de l'eau de constitution, en plus des vibrations de liaison de l'eau adsorbée situées à 1648 cm^{-1} [29].

-La bande qui s'étale entre $3500-3800\text{ cm}^{-1}$, située à $3614,0\text{ cm}^{-1}$ correspond aux vibrations d'élongation des groupements OH interne. Les bandes situées entre 1400 et 1500 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations de déformation des groupes CH_3 situés à 1439 cm^{-1} [29].

-La liaison Si-O est caractérisée par :

-La bande intense située entre $900-1200\text{ cm}^{-1}$ et centrée vers 1010 cm^{-1} correspond aux vibrations de valence de la liaison Si-O [29].

-Les bandes entre 795 et 748 cm^{-1} , provenant de la liaison Si-O-Al, font également place à une bande autour de 778 cm^{-1} . Les bandes observées à 798 cm^{-1} sont attribuables aux vibrations d'élongation des liaisons Si-O-Al et aux hydroxyles perpendiculairement à la surface (OH translationnel) [29].

-La bande à 663 cm^{-1} est caractéristique des vibrations de déformation des hydroxyles dans les minéraux argileux tri octaédriques en général. Néanmoins, les bandes d'absorption à 797 et 779 cm^{-1} peuvent correspondre au Quartz [29].

-La bande 872 cm^{-1} correspond à la présence de carbonate de calcium CaCO_3 [29].

-Les bandes situées à 468 cm^{-1} sont dues à la présence de quartz.

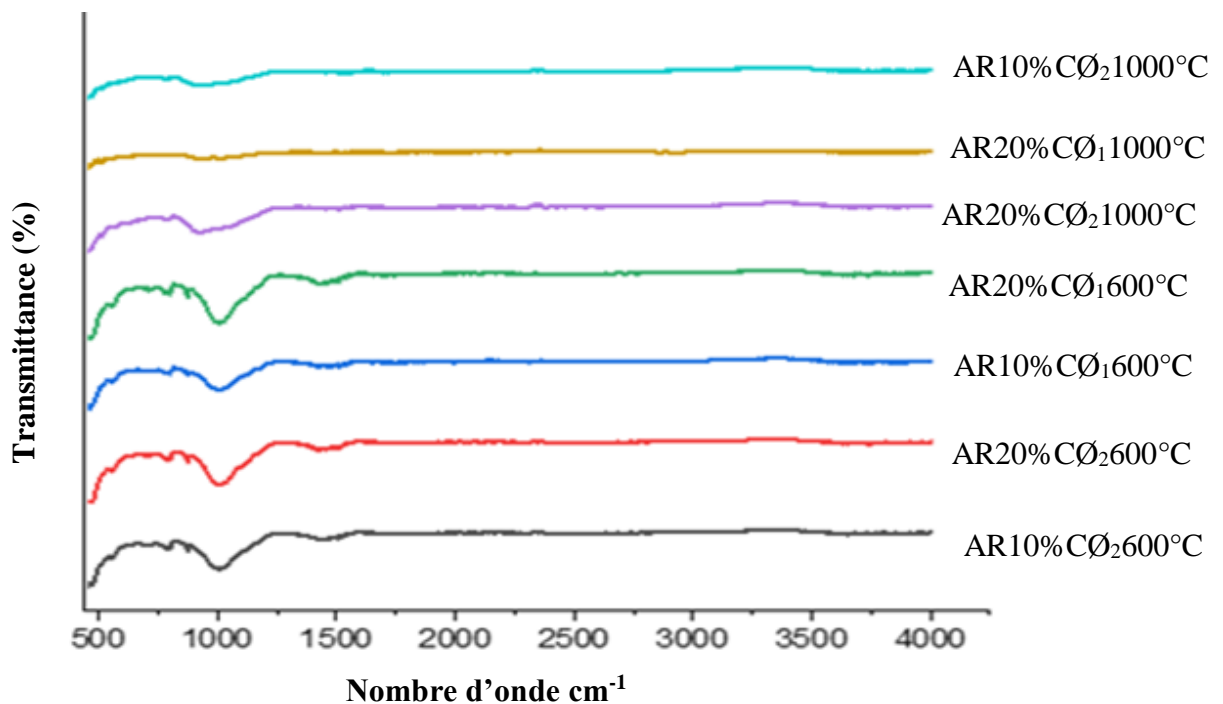


Figure III.5 : Spectres IR des matériaux élaborés calcinés à 600 et 1000°C

L'analyse par spectroscopie infrarouge après calcination des matériaux élaborés présente des spectres d'absorption relativement similaires.

Tous les spectres présentent une bande plus au moins intense à 1010 cm^{-1} correspondant aux vibrations de valence de la liaison Si-O, et une bande moins intense à 468 cm^{-1} due au quartz.

Nous constatons l'absence des pics caractéristiques, à 3600 et 1400 cm^{-1} , de la vibration de valence de la liaison OH. Ce qui s'explique par les températures de calcination et aussi les conditions de conservation des échantillons mis à l'abri de l'humidité.

Nous remarquons également que les bandes à 1100 cm^{-1} et 468 cm^{-1} sont plus visibles sur les spectres calcinés à 600°C que sur les spectres calcinés à 1000°C qui ont plus tendance à disparaître.

En conclusion, la température de calcination influe fortement sur la composition finale du matériau.

III.3. L'analyse thermogravimétrique (ATG) :

L'analyse thermique a permis de suivre la perte en masse de l'argile en fonction de la température. Cette technique est d'habitude utilisée pour caractériser la décomposition et/ou la stabilité thermique de matériaux.

L'équipement utilisé est un appareil TGA 2050 qui est composé typiquement d'une pièce jointe serrée permettant pour contrôler l'atmosphère de l'échantillon, d'un four pour gérer la température, d'un module de pesée, d'un thermocouple pour mesurer la température et d'un ordinateur pour contrôler l'unité et enregistrer les données. Le test a été effectué sous un courant d'azote (gaz inerte) entre 25 et 800°C à la vitesse de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ avec une masse de l'échantillon de 34.4134g .

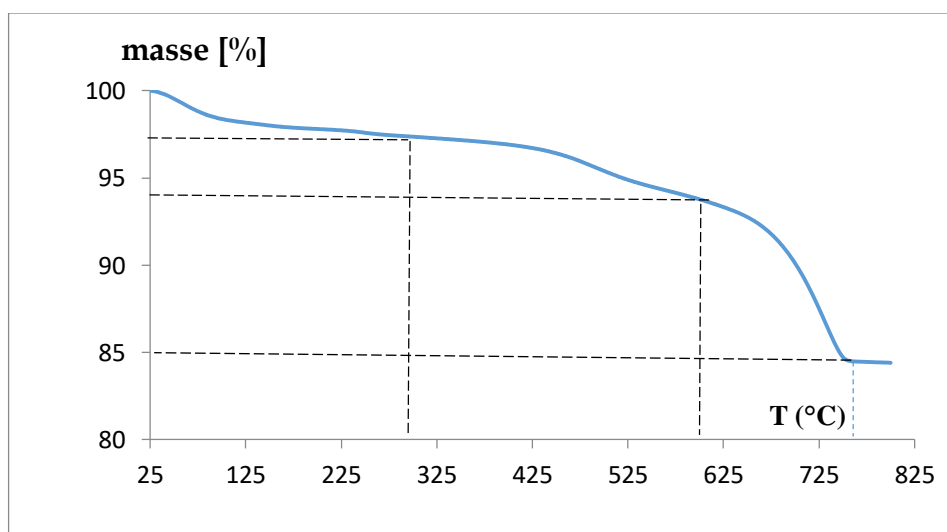


Figure III.6 : Analyse thermogravimétrique de l'argile brute.

L'analyse thermique s'avère très importante car elle situe les températures des transformations essentielles. Ces dernières sont :

- La déshydratation
- La déshydroxylation

La **Figure III.6** donne la courbe ATG effectuée sur l'argile utilisée chauffée de l'ambient à 800°C.

L'échantillon brut présente deux zones de perte en masse distincte :

➤ **La déshydratation**

La déshydratation n'est pas une transformation essentielle lors du processus de traitement thermique. C'est la désorption de l'eau hygroscopique adsorbée à la surface des particules à la pression atmosphérique à une température $\leq 100^\circ\text{C}$. Alors que la courbe ATG montre que l'eau résiduelle, fortement liée, est libérée entre 100°C et 300°C.

➤ **La déshydroxylation**

La déshydroxylation est la réaction au cours de laquelle les hydroxyles structuraux sont éliminés de l'argile. Ce phénomène est observé entre 400°C et 600°C. Pour l'argile utilisée il est observé à 475°C. Suite à ce départ il résulte alors la formation d'une phase amorphe selon la réaction [C.Y. Chen, G.S. Lan, W.H.Tuan, (1957)][35].



Le mécanisme de déshydroxylation est basé sur deux étapes :

- Formation de la molécule d'eau à partir de deux groupements hydroxyles OH,
- Elimination de l'eau du réseau cristallin, à hautes températures, quand la pression de la vapeur est suffisante pour permettre la diffusion du phénomène [G.W. Brindley, J. Lemaitre, . (1987) [36].

Ce mécanisme est homogène s'il existe des OH adjacents d'acidités différentes. Dans ce cas l'hydroxyle le plus acide réagit alors avec le moins acide pour former H₂O avec la même probabilité dans tout le volume de la particule. La formation simultanée d'eau à travers tout le volume du minéral désorganise sa structure et favorise la formation d'une phase faiblement ordonnée. Si les OH ont la même probabilité de se dissocier, il serait hétérogène et les produits néoformés seront relativement bien organisés structurellement et présenteront des désorientations cristallographiques proches de celles de la phase initiale.

Les résultats thermogravimétriques de l'argile brute sont représentés dans le tableau suivant

Tableau III.1 : perte de masse au cours de l'ATG.

	Perte de masse
1 ^{ère} perte de masse de 100°C à 300°C	3%
2 ^{ème} perte de masse de 400°C à 600°C	3%
3 ^{ème} perte de masse de 600°C à 750°C	9%
la perte de masse totale	15%

L'analyse thermogravimétrique a permis de mettre en évidence le caractère inorganique de l'argile utilisé sachant que la perte de masse à 600°C ne dépasse pas les 6%.

III.4. Analyse au Microscope électronique à balayage :

La microscopie électronique est un moyen d'investigation incontournable pour l'étude locale des évolutions microstructurales d'un matériau.

L'appareil utilisé dans le cadre de notre étude est (PHILIPS ESEM XL 30), équipé d'un analyseur EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) au sein du Laboratoire d'analyse MEB Université Mouloud MAMERI Tizi-Ouzou

La microscopie à balayage permet d'observer la texture de l'échantillon argileux et de caractériser des assemblages minéralogiques. Les images obtenues par la microscopie électronique à balayage de l'argile brute et des échantillons argileux calcinés à différentes températures, sont représentées sur les figures ci-dessus :

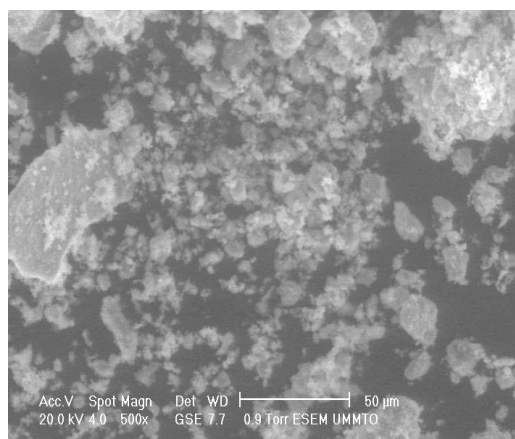
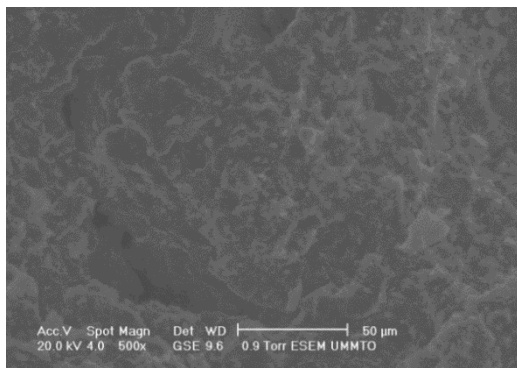
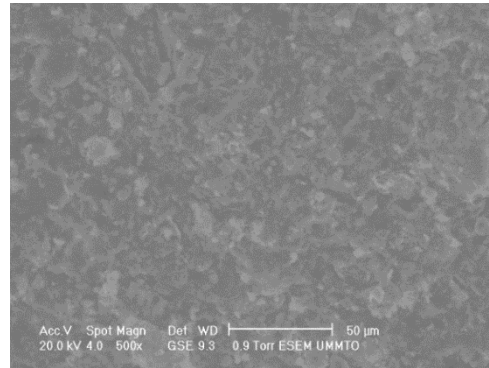


Figure III.7 : Image MEB d'une argile brute.

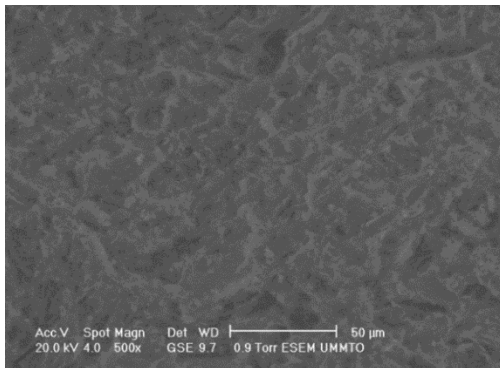
Les particules argileuses se présentent sous forme d'amas d'agrégats fines et de plaquettes aux contours irréguliers. L'image de la **Figure III.7** est en accord avec ce que nous avons obtenu en DRX, il n'y a aucun doute sur la présence de carbonates et de Quartz dans l'échantillon. Les carbonates (Calcite) se présentent sous forme des agrégats bien visibles et le Quartz se présente sous forme des grains de petites tailles.



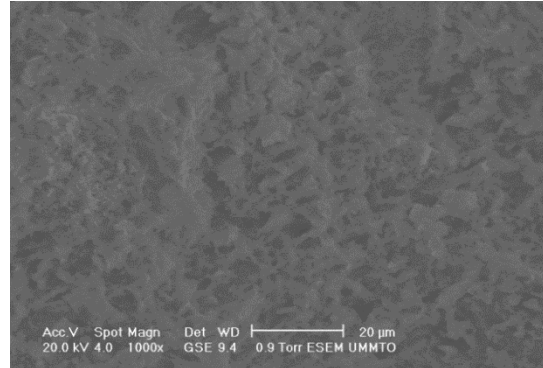
A1) Image MEB d'une argile à 20%C sans calcination



A2) image MEB d'une argile à 20%C calcinée à 600°C



A3) Image MEB d'une argile à 20%C calciné à 800°C



A4) Image MEB d'une argile à 20%C calciné à 1000°C

Figure III.8 : Images MEB des mélanges à 20%C

Les images MEB A1, A2, A3 et A4, de la **Figure III.8** montrent la microstructure obtenue avec un mélange d'argile à 20% de cellulose traité à 600,800 et 1000°C respectivement. Les particules se présentent de façon homogène avec des pores de faible diamètre (de l'ordre du micron) uniformément réparties sur toute la surface.

III.5. Essais mécaniques (évaluation du coefficient de Young)

Les essais mécaniques ont été réalisés au niveau du laboratoire de pédagogie de la faculté de génie de la construction de l'UMMTO. L'appareil utilisé est un IBERTEST.

Figure III.9



Figure III.9 : appareil de compression (IBERTSET).

Afin d'évaluer le coefficient de young nous avons fabriqué 8 échantillons de 25mm de hauteur et 23mm de diamètre de 10 et 20% en cellulose à des granulométries \varnothing_1 et \varnothing_2 . 4 d'entre eux ont été calcinés à 600°C et 4 autres à 1000°C.

Les **Figures III.10** et **III.11** montrent un modèle d'échantillon calciné à 600°C et un autre à 1000°C avant et après compression.



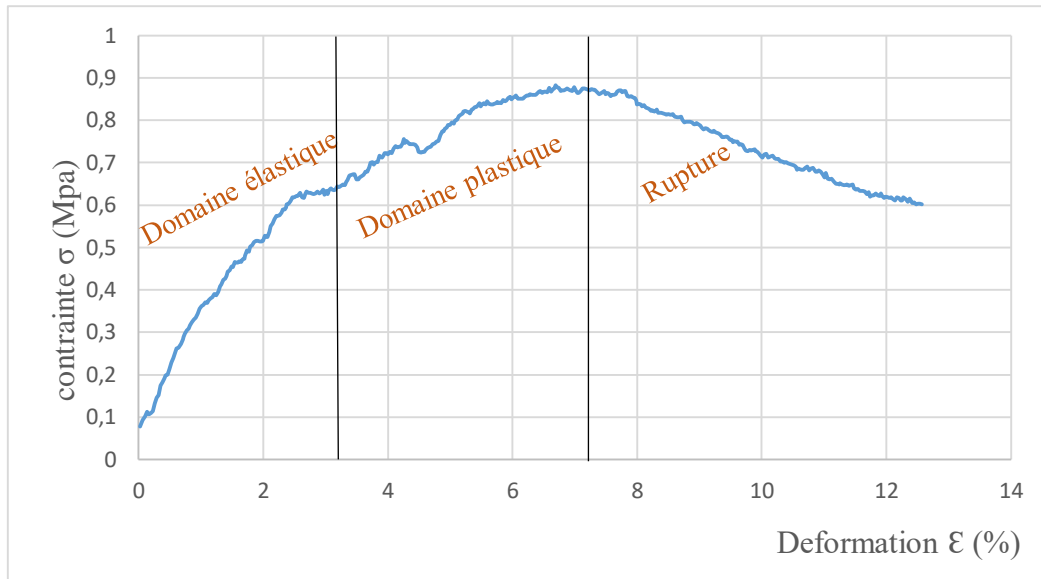
Figure III.10 : échantillon avant et après compression calciné à 600°C



Figure III.11 : échantillon avant et après compression calciné à 1000°C

Les échantillons ayant servi aux essais mécaniques ont été broyés. La poudre résultante des échantillons calcinés à 600°C montre des grains de couleur noir. Ceci est probablement dû à la formation de charbon due à une combustion incomplète de la cellulose. Toutefois, les grains de poudre obtenue après calcination à 1000°C ne présentent pas le même aspect. On peut en conclure que la combustion de la cellulose est, dans ce cas, complète.

La **Figure III.12** suivante représente la variation de la déformation relative en fonction de la contrainte exercée. La courbe présente trois phases : phase d'élasticité, phase de plasticité et phase de rupture.



**Figure III.12: variation de la déformation en fonction de la contrainte exercée :
AR10%C Ø2 600°C.**

Afin de déterminer le coefficient de Young E, nous nous sommes intéressés à la phase d'élasticité. La portion de la courbe correspondante est assimilée à une droite.

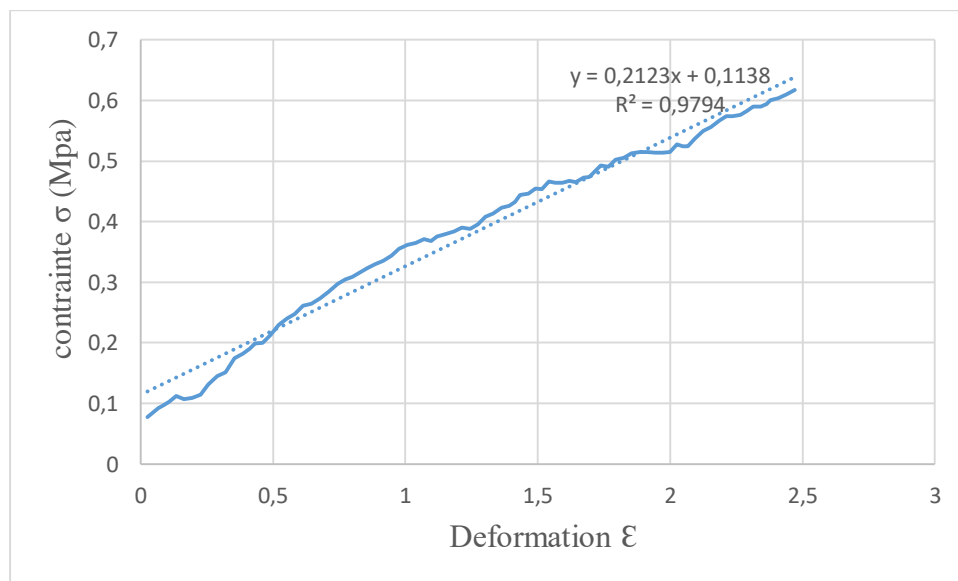


Figure III.13 : courbe contrainte-déformation AR10%C Ø2600°C.

En s'appuyant sur le graphe (phase d'élasticité), on détermine le module de Young longitudinal (Loi de Hooke).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon}$$

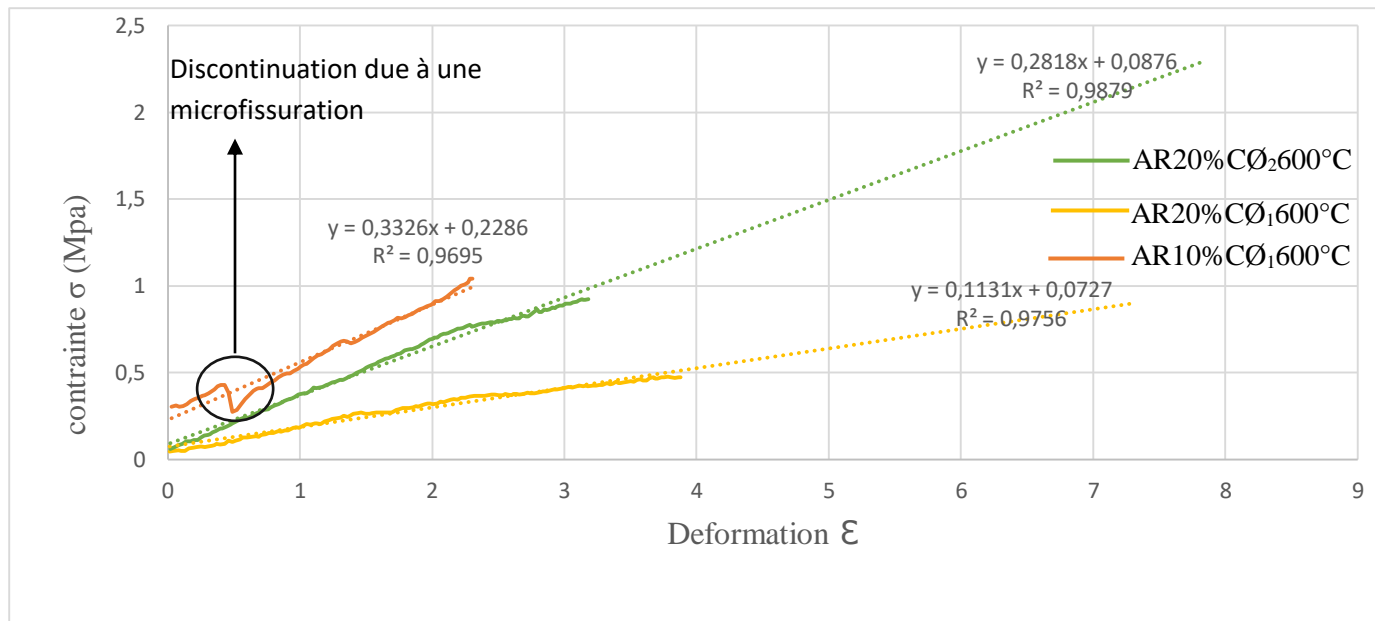


Figure III.14 : représentation des courbes des essais mecaniques pour les differents melanges calcinés à 600°C.

Les mêmes étapes ont été suivies pour déterminer le module de Young des échantillons calcinés à 1000°C.

Les matériaux élaborés présentent un comportement à la rupture de type modéré. Des essais de compression monotone sont réalisés pour obtenir les valeurs de σ_{\max} (maximum de contrainte supportée par le matériau), E (module de Young), et ϵ_{\max} (déformation au niveau du maximum de contrainte).

Le tableau suivant résume les résultats obtenus :

Tableau III.2 : valeurs obtenus pour le coefficient de Young.

	σ_{\max} (MPa)	ϵ_{\max} (%)	E (MPa)	
AR10% C Ø ₁	1.68	5.44	0.31	A 600°C
AR10% C Ø ₂	0.87	6.77	0.13	
AR20% C Ø ₁	0.47	4.07	0.12	
AR20% C Ø ₂	0.92	3.20	0.29	
AR10% C Ø ₁	1.08	1.87	0.58	A 1000°C
AR10% C Ø ₂	1.05	2.17	0.48	
AR20% C Ø ₁	0.58	4.17	0.14	
AR20% C Ø ₂	0.36	8	0.05	

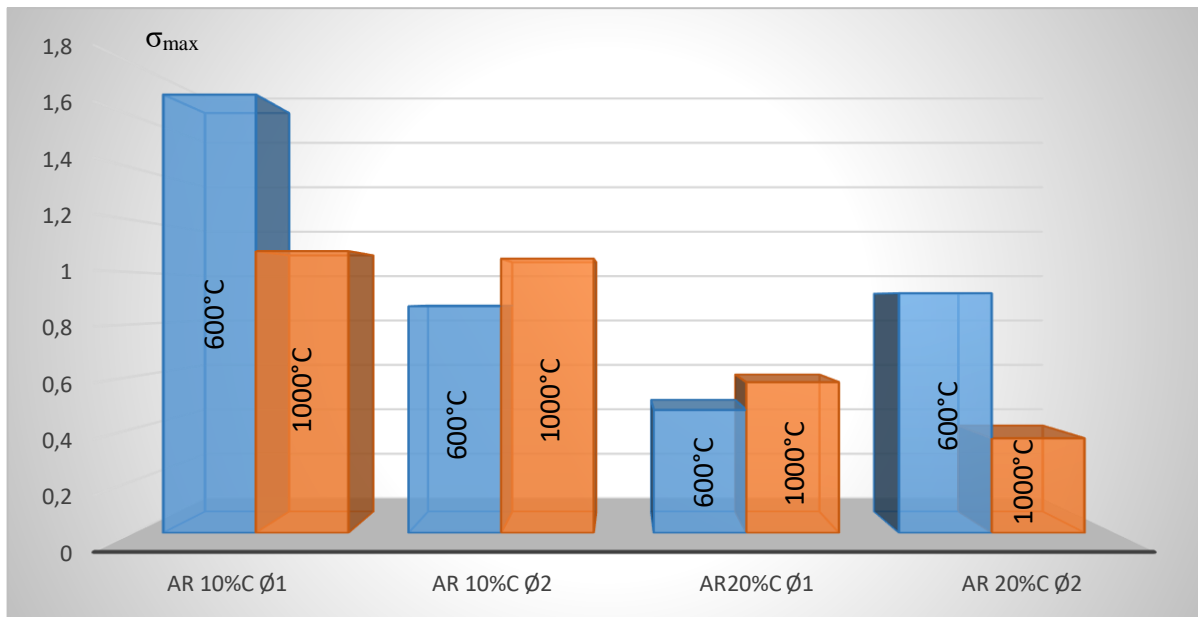


Figure III.15 : maximum de contrainte supportée par le matériau en fonction de la granulométrie et du pourcentage en cellulose.

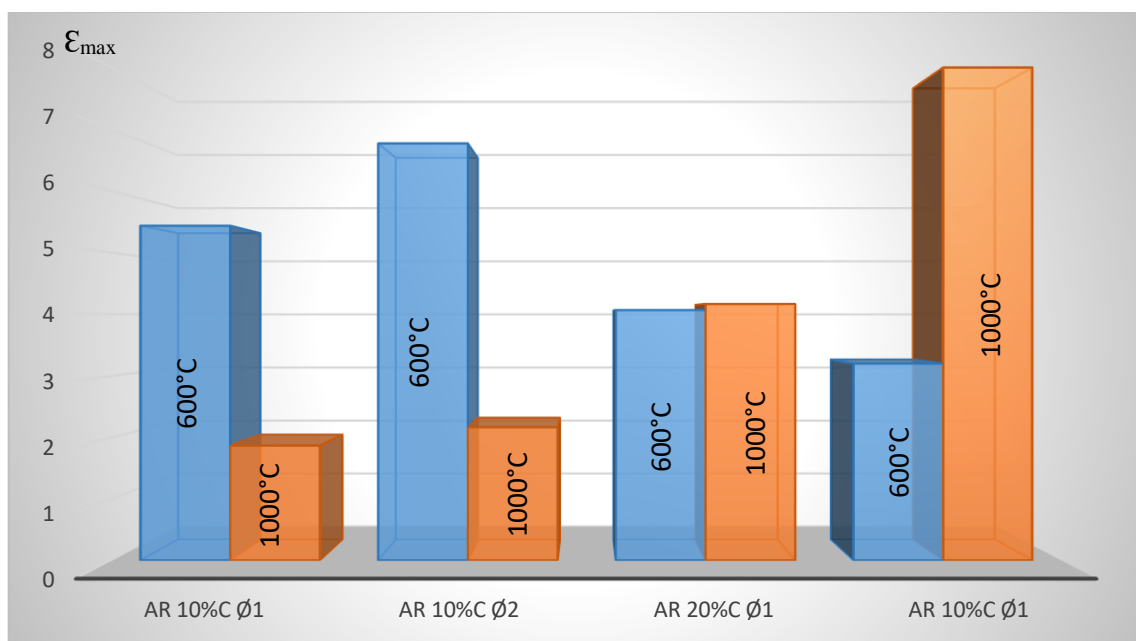


Figure III.16 : Déformation au niveau du maximum de contrainte en fonction de la granulométrie et du pourcentage en cellulose.

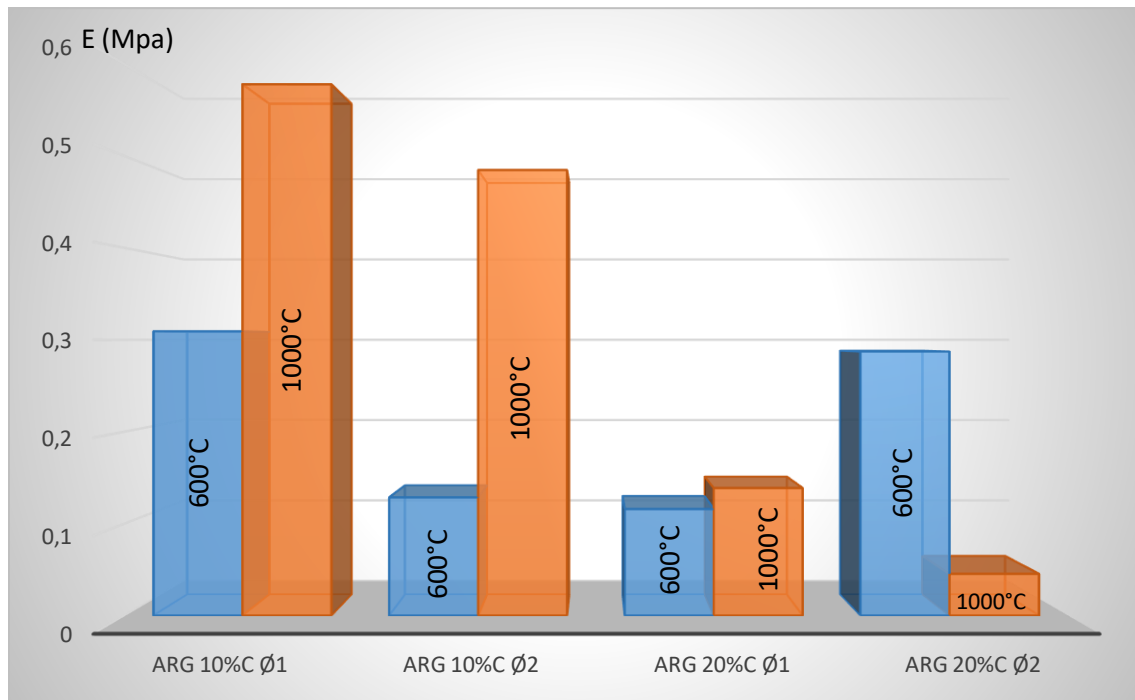


Figure III.17 : Evolution du module de Young en fonction de la granulométrie et du pourcentage en cellulose.

La **Figure III.17** suivante, présente les valeurs du module de Young en fonction de la granulométrie et du pourcentage en cellulose calcinée à 600 et 1000°C. En effet pour chaque pourcentage de matière organique, deux essais ont été réalisés, l'un à 600°C et l'autre à 1000°C.

Les résultats montrent que la résistance des échantillons calcinés à 1000°C est beaucoup plus importante que celle des échantillons à 600°C. Dans le cas des échantillons calcinés à 1000°C le module de Young est inversement proportionnel au pourcentage de cellulose utilisé.

Il ressort des résultats obtenus que les propriétés mécaniques des mélanges à 10% C Ø₁ calcinés à 600°C et 1000°C sont très appréciables si l'on considère l'usage auquel est destiné notre matériau.

III.6. Mesure de la porosité et de la densité :

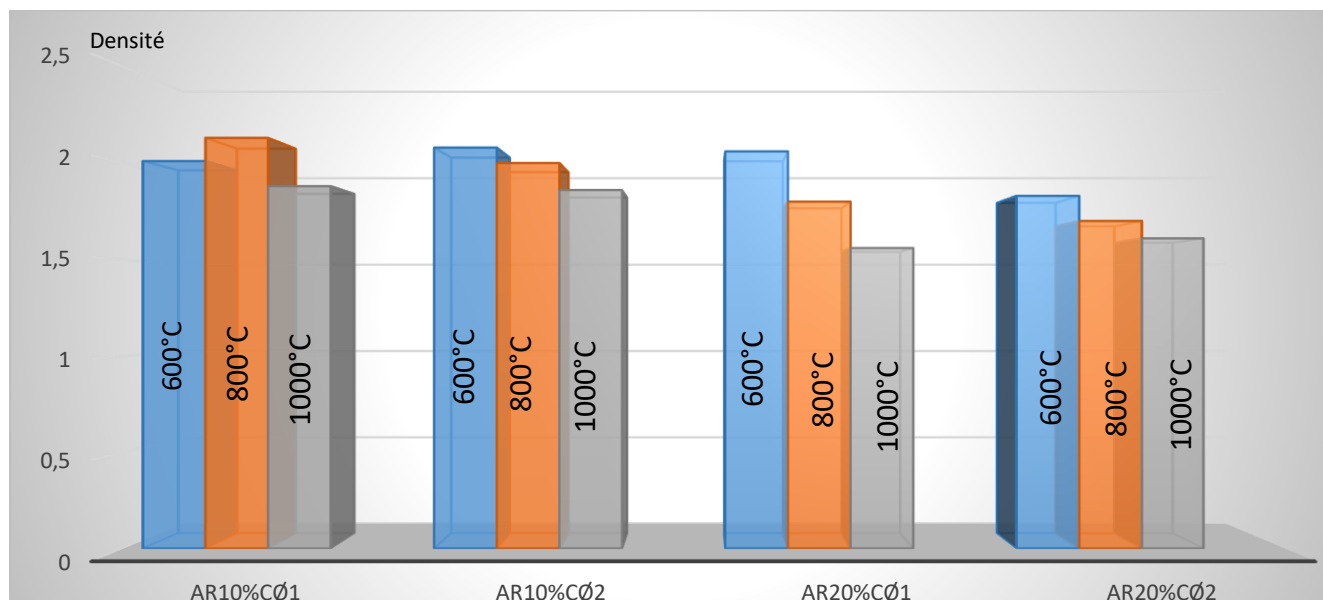
Les résultats obtenus sont formulés dans le **Tableau III.3** :

Tableau III.3 : résultats des tests de densité et de porosité.

Echantillons	m_s (g)	m_i (g)	Densité (g/cm ³)	Porosité %	T (°C)
1)AR10%C Ø ₁	1.59	1.21	2.01	63.33	600
2)AR10%C Ø ₂	1.7	1.25	2.08	75	
3)AR20%C Ø ₁	1.72	1.24	2.06	80	
4)AR20%C Ø ₂	1.60	1.10	1.83	83.33	
5)AR10%C Ø ₁	1.66	1.28	2.13	63.33	800
6)AR10%C Ø ₂	1.65	1.20	2	75	
7)AR20%C Ø ₁	1.57	1.08	1.8	81.66	
8)AR20%C Ø ₂	1.56	1.02	1.7	90	
9)AR10%C Ø ₁	1.48	1.13	1.88	58.33	1000
10)AR10%C Ø ₂	1.46	1.12	1.86	56.66	
11)AR20%C Ø ₁	1.32	0.94	1.56	63.33	
12)AR20%C Ø ₂	1.37	0.97	1.61	66.66	

Avec V_e : volume de l'échantillon = $V' - V = 0.6\text{ml}$

Les résultats obtenus sont représentés sur les histogrammes suivants :

**Figure III.18 : Histogrammes représentant les résultats obtenus pour la densité.**

La **Figure III.18** donne la variation de la densité en fonction de la granulométrie et du pourcentage de cellulose pour différentes températures.

Pour le premier mélange (AR10%CØ₁) la densité maximale est obtenue à 800°C par contre pour les 3 autres mélanges (AR10%CØ₂, AR20%CØ₁ et AR20%CØ₂) les densités maximales sont obtenues à 600°C à des taux qui sont sensiblement similaires.

En conclusion le mélange à AR10%CØ₂ calciné à 600°C donne le meilleur résultat.

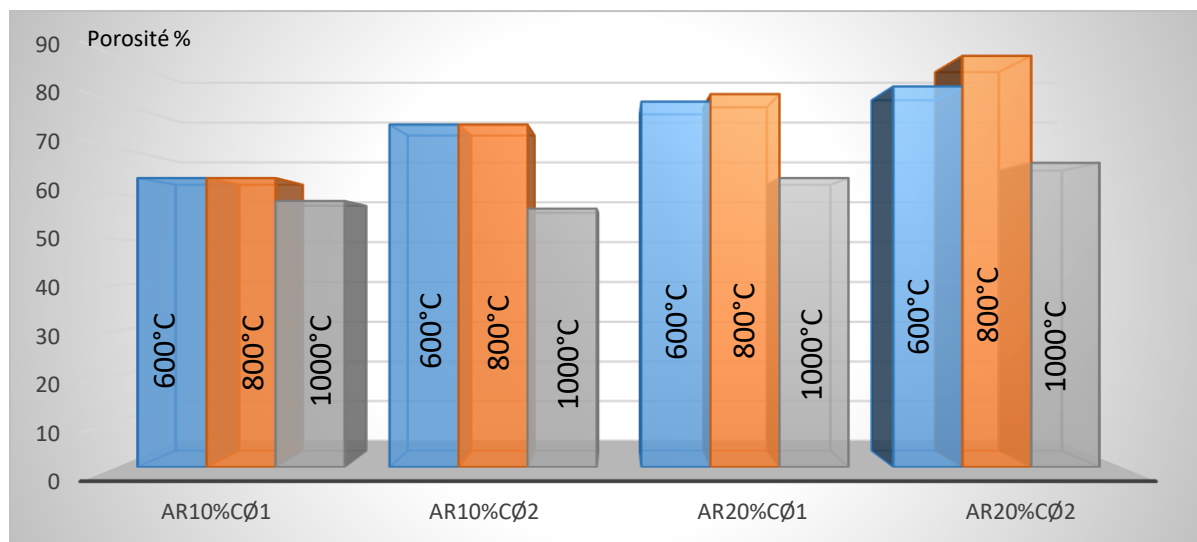


Figure III.19 : Histogrammes représentant les résultats obtenus pour la porosité.

La **Figure III.19** donne la variation de la porosité en fonction de la granulométrie et du pourcentage de cellulose pour différentes températures.

On remarque que pour les deux premiers mélanges (AR10%CØ₁ et AR10%CØ₂) les porosités à 600 et 800°C sont proche avec un meilleur pourcentage pour le deuxième.

Pour le dernier mélange AR20%CØ₂ le pourcentage à 800°C atteint les 90%.

En conclusion le meilleur pourcentage en porosité obtenu est le mélange d'argile à 20% de cellulose avec une granulométrie $0.1 < \text{Ø}_2 < 0.14$ calciné à 800°C.

En s'appuyant sur les résultats on conclura que les meilleurs taux de porosité et de densité obtenus sont pour une granulométrie $0.1 < \text{Ø}_2 < 0.14$ à 10% en cellulose calcinée à 600°C, sachant qu'on obtient un pourcentage de 75% en porosité et un taux de 2.08g/cm^3 en densité pour cette température.

On remarque que les matériaux élaborés ont des densités supérieures à celle de l'eau.

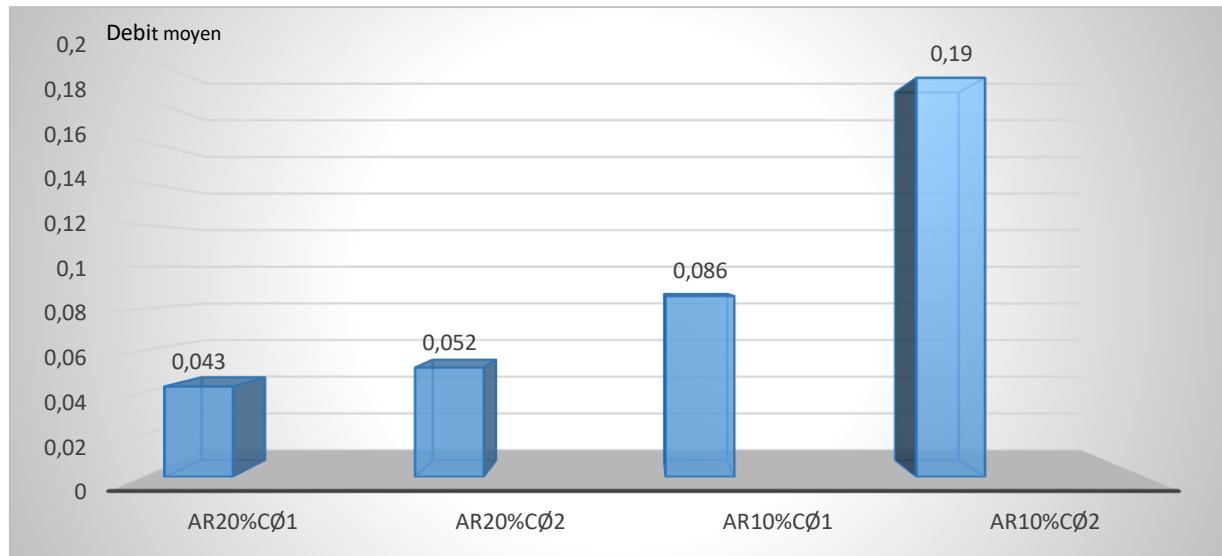
III.7. Test de perméabilité :

Le test de perméabilité a permis d'obtenir les résultats formulés dans le **Tableau III.4**.

Notons que le test de perméabilité a été réalisé à pression atmosphérique normale.

Tableau III.4: résultats obtenus sur le test de perméabilité.

	Perméabilité(ml)	Volume d'eau restant (ml)	Débit moyen (ml/min)
AR 20% C Ø ₁	36.5	207.5	0.043
AR 20% C Ø ₂	44	250	0.052
AR 10% C Ø ₁	73	178	0.086
AR 10% C Ø ₂	160	138	0.190

**Figure III.20 : Histogrammes illustrant les résultats obtenus du test de perméabilité.**

D'après les tests effectués avec des disques de 25mm de diamètre et 1mm de hauteur calcinés à 1000°C la meilleure perméabilité est obtenue avec le mélange d'argile à 10% cellulose avec une granulométrie $0.1 < \text{Ø}_2 < 0.14$.



Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif de notre travail est l'élaboration et la caractérisation des matériaux poreux à base d'argile qui peuvent servir de support membranaire pour la filtration des effluents liquides ou gazeux. L'argile étant un matériau naturel possédant des pores mais qui est imperméable, l'ajout de matière organique telle que la cellulose crée des pores connectés les uns aux autres ce qui permet d'obtenir un matériau poreux et perméable.

Lors de cette étude, deux fractions d'argile locale de granulométrie $\emptyset_1 < 0.1\text{mm}$ et $0.1 < \emptyset_2 < 0.14\text{mm}$ ont été mélangées avec différents pourcentages de cellulose (10 et 20%) afin d'obtenir une pâte malléable qui a été ensuite traitée à différentes températures (600, 800 et 1000°C).

Les échantillons élaborés ont été caractérisés par plusieurs techniques (IRTF, MEB, DRX, ATG et la mesure du module de Young). Les résultats obtenus montrent une concordance entre l'analyse par spectroscopie infra rouge et la diffraction des rayons X (DRX). Elles mettent en évidence la présence de bandes de vibrations associées aux différentes phases détectées en DRX notamment la bande à 1100cm^{-1} correspondant aux vibrations de valence de la liaison Si-O, et une bande à 468cm^{-1} due au quartz. Les propriétés du matériau sont satisfaisantes en termes de résistance mécanique pour les mélanges à 10% C \emptyset_1 calcinés à 600° et 1000°C.

Les analyses MEB ont confirmé que nos matériaux possèdent des pores de faible diamètre uniformément repartis sur toute la surface. Des mesures de densité et de porosité ont été effectuées pour vérifier ces analyses. Les meilleurs taux de porosité et de densité obtenus sont pour une granulométrie $0.1 < \emptyset_2 < 0.14$ à 10% en cellulose calcinée à 600°C.

Notre objectif a été atteint en effectuant le test de perméabilité qui atteste que les matériaux élaborés sont poreux avec un débit moyen de 0.19ml /min pour le mélange à 10% C \emptyset_2 .

Enfin on peut conclure que les meilleurs résultats ont été obtenus avec les matériaux élaborés avec un mélange d'argile à 10% de cellulose en utilisant la grosse granulométrie $0.1 < \emptyset_2 < 0.14$ calcinés entre 600 et 800°C.

Il serait intéressant de poursuivre l'étude de ces matériaux en utilisant des pourcentages de matière organique inférieur à 10%.



Références bibliographiques

Reference bibliographique

- [1] Abdelhadi el hachmi. argile et minéraux argileux : propriétés physico-chimiques et propriétés colloïdes. université abdelmalek essaadi - master fondamentale chimie 2013.
- [2] Bouziane nouzha. Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Université mentouri de constantine. P .32 ,2007.
- [3] hernot françois. L'argile, son utilisation à l'officine.2016.
- [4] M. Boutarfa. caractérisation physique et rhéologique de la bentonite de maghnia, rhéologie et transport des fluides complexes, université des sciences et de la technologie mohamed boudiaf. Oran.2012
- [5] Nathalie fagel. Qu'est-ce qu'une argile département de géologie université de liège.2015.
- [6] GAOMBALET Jérôme. Le gonflement des argiles et ses effets sur les ouvrages souterrains de stockage .Ecole polytechnique. P.30, 2004.
- [7] Khireddine Ouahida. Etude de matériaux argileux et leur impact sur l'adsorption de certains polluants. Université badji mokhtar annaba. P.16. 2015-2016.
- [8] Fekhar Nacereddine. Etude spectrométrique de la matière argileuse de la région de hammam boughrara. Université Abou Bekr Belkaid –Tlemcen.p 7.2017.
- [9] Y. Iqbal and w. E. Lee, « fired porcelain microstructures revisited ». J. Am, ceram soc 82, 3584-3590.1999.
- [10] R. Prost. Etude de l'hydratation des argiles : interactions eau-minéral et mécanisme de la rétention de l'eau. Ii. Etude d'une smectite (hectorite). Annales agronomiques.1975.
- [11] J. Hower, t. C. Mowatt. the mineralogy of illites and mixed-layer illite/montmorillonite. American mineralogist, vol. 51, no 5-6. Usa.1900.
- [12] J. Orcel, et al.nouvel essai de classification des chlorites, mineral. Mag.1950
- [13] Yassine BENTAHAR. Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines: application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse. UNIVERSITE DENICE-SOPHIA ANTIPOLIS-UFR Sciences Ecole Doctorale de sciences Fondamentales et appliquées.2016.
- [14] Pierre PIALY Étude de quelques matériaux argileux du site de Lembo (Cameroun) : minéralogie, comportement au frittage et analyse des propriétés d'élasticité. UNIVERSITÉ DE LIMOGES Discipline : Matériaux Céramiques et Traitements de Surfaces.2009.

Reference bibliographique

- [15]. Lucie Crepy. Conception et mise en forme de nouveaux matériaux à partir de macromolécules naturelles. université d'Artois Laboratoire : Unité de Catalyse et de Chimie du Solide (UCCS Artois) - n°2010ARTO0403. Année 2010
- [16] D. Alfred, R. Bertoniere, R. M. Brown, H. Chanzy Gray, K. Hattori, W. Glasse cellulose, encyclopedia of polymer science and technology, wiley.2003.
- [17] H, Krassig. J Schurz., cellulose, ullmann's encyclopedia of industrial chemistry, 6 ed, wiley,2002.
- [18] Céline SATGÉ - étude de nouvelles stratégies de valorisation de mono et polysaccharides. Université de Limoges ; 2002.
- [19] S. Binet, s. Malard, m. Ricaud, a. Romero-hariot, b. Savary. fibres de cellulose fiche toxicologique n°282.2015
- [20] Effets sur la santé des fibres de substitution à l'amiante. Expertise collective. Inserm : Paris ; 1999.
- [21] Younes Anbria et al [Najib Tijani, Joaquín Coronas, Ester. Mateo, Miguel Menéndez, Jilali Bentama] Equipe : Membranes, Matériaux et Procédés de Séparation, Faculté des Sciences, Université Moulay Ismaïl, Meknès, Morocco .Clay plane membranes : development and characterization.2007.
- [22] Nourlyaquinel Qacemi Et Al [Nabil Saffaj*2, Rachidmamouni1, Nourredineel Baraka1, Hamidzidouh2, Mohamedait Baih2, Abdelatif Lanknifli . Journal Of Engineering Studies And Research –Volume 24 No. 419. Development Of Ceramic Microfiltration Support from Moroccan Sahara clay] (2018).
- [23] Nurulain et al [C M Nurulain¹, P J Ramadhansyah¹, Y Haryati¹, A H Norhidayah¹, M E Abdullah² and M H Wan Ibrahim. Performance of macro clay on the porous asphalt mixture properties.. IOP Conf. Ser. : Mater. Sci. Eng.] 2017.
- [24] Vladimir Morozov et al [Aleksey Eskin¹, Almir Salakhovand Eduard Korolev Modern methods of studying the phase composition of clay raw material at kiln process. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.365 032048. 2018.
- [25] E. Errais. Réactivité de surface d'argile naturelles étude de l'adsorption de colorants anionique, géochimie de l'environnement, strasbourg.2011.
- [26] H. Allam née boussak hassina. Effet de la température sur les performances des céramiques contenant la bentonite de maghnia. Université Mohamed Bougara-Boumerdes. P.65.2015

Reference bibliographique

- [27] M. Harrat. Contribution à l'amélioration du procédé de fabrication de la céramique etude sur site : unité maghreb céramique de touggourt. Génie chimique. Université kasdi merbah. Ouargla. 2007.
- [28] M. Ibn ghazala. Synthèse des complexes organo et inorgano-pyrophyllite et leur application dans le traitement des eaux chargées en métaux lourds. Chimie physique. Université mohammed v -agdal. Rabat. 2009.
- [29] A. Qlihaa, s. Dhimni, f. Melrhaka, n. Hajjaji, a. Srhiri. Caractérisation physico-chimique d'une argile marocaine [physico-chemical characterization of a morrocan clay. Faculté des sciences, université ibn tofailde kénitra, bp 133,14000 kénitra, maroc.2015/2016.
- [30] Hamou bounib. Elaboration et caractérisation microstructurale et mécanique des réfractaires à base de kaolin dd3 et la dolomite (5-20% poids). Université ferhat abbas-setif 1. P.65.2013.
- [31] BENDJABALLAH Lynda , Calcul numérique du module D'YOUNG d'un matériau homogène et isotrope basé sur la théorie des poutres . Université Mentouri Constantine.P.31 .2010
- [32] Omar. BOURAS, Propriétés adsorbantes d'argiles pontées organophiles: synthèse et caractérisation, thèse de doctorat, université de Louis Limoges.2003.
- [33] Christophe VAYSSE, Caractérisation structurale d'hydroxydes doubles lamellaires contenant des anions oxométallates (Mo, W) ou acrylate intercalés, thèse de doctorat, université de BORDEAUX I.2001.
- [34] M. MONFARED et all. Détermination de la perméabilité de l'argile de Boom et conditions de réalisation des essais drainés. Ecole des Ponts - ParisTech, UR Navier/CERMES, Université Paris-Est, 6 & 8 av B. Pascal, Champs-sur-Marne, F 77455
- [35] [C.Y. Chen, G.S. Lan, W.H.Tuan, Microstructural evolution of mullite during the sintering of kaolin powders compacts, Ceram. Int. 26 .715-720., G.W. Brindley, M. Nakahira, Kinetics of dehydroxylation of kaolinite and halloysite, J. Am. Ceram. Soc. 40 (1957) 346-350.]. 2000.
- [36] [G.W. Brindley, J. Lemaitre, Thermal oxidation and reduction reactions of clay minerals,88 Mineralogical society,6. Pp320-367]. 1987.

Résumé

Dans ce présent travail, l'élaboration de matériaux poreux à base d'une argile locale a été réalisé dans le but de servir de support membranaire pour la filtration des effluents liquides ou gazeux. La méthode et le protocole suivi ont été décrit. Nous avons pris deux fractions d'argiles $\emptyset_1 < 0.1\text{mm}$ et $0.1 < \emptyset_2 < 0.14\text{mm}$ qu'on a mélangé à différents pourcentages de cellulose qui représentent un agent formateur de pores, les échantillons obtenus ont été calcinés à différentes températures (600,800 et 1000°C).Ces matériaux ont ensuite été caractérisés par différentes méthodes (DRX, IR, ATG, MEB, module de Young) les résultats obtenus mettent en évidence la présence de bandes caractérisant l'argile et montrent que nos matériaux possèdent des pores, des essais de porosité et un test de perméabilité ont confirmé ces analyses.il ressort de ces techniques utilisées que les meilleurs matériaux obtenus ont été élaborés avec un mélange a 10% de cellulose en utilisant la granulométrie $0.1 < \emptyset_2 < 0.14\text{mm}$ calciné entre 600 et 800°C.

Mots clés : Argile, cellulose, matériaux poreux, porosité, perméabilité, filtration.