

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université 8 Mai 1945 Guelma

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie des Procédés

Mémoire de Projet de Fin d'Etudes

2^{ème} Année Master

**Etude de l'influence de la nature d'argile de Guelma sur la
qualité de la terre cuite utilisée à l'ETER-SPA**

Filière : Génie des Procédés

Spécialité: Matériaux et traitement de surface

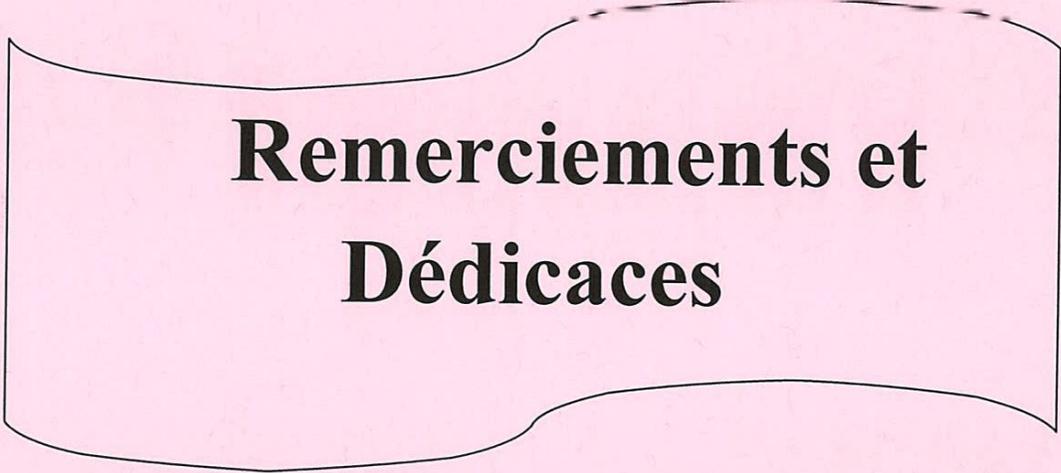
Présenté par:

NAILI Rima

Sous la direction de :

Dr. BENGOURNA Nadjette

Juin 2016



**Remerciements et
Dédicaces**

Remerciements

Je remercie tout d'abord, Dieu le tout puissant de m'avoir accordé la force pour réaliser ce travail.

J'exprime ainsi ma profonde reconnaissance envers

Mme Nadjette Bengourna docteur à l'université de Guelma qui m'a permis grâce à ces judicieux conseils et encadrement constant de mener à bien cette étude.

Mes remerciements vont également à **M^{me} redjimi zahia** directrice de L'entreprise ETER-ETER SPA de Guelma de m'avoir accordé ce stage.

Je tiens aussi à remercier **Mme Abida Oulad Edyaf**, ingénieure à L'entreprise ETER SPA de Guelma, qui m'a suivi tout ou long de ma période de stage.

Je ne saurais oublier tous mes collègues, pour leur aide, et leur soutien.

Dédicace

Merci au bon Dieu qui m'a permis de faire ce travail,

Merci A mes très chère parents qui m'ont toujours soutenus et encourager,

Merci papa, merci maman,

Un grand merci pour,

Mon frère **Bilel**

Ma sœur **Sameh**

A toute ma famille,

A tous ceux qui me sont chers...

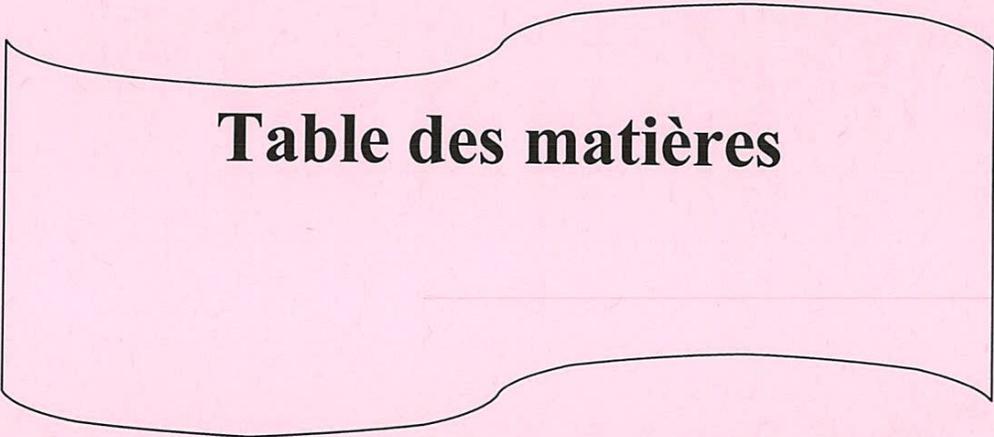


Table des matières

CHAPITRE III

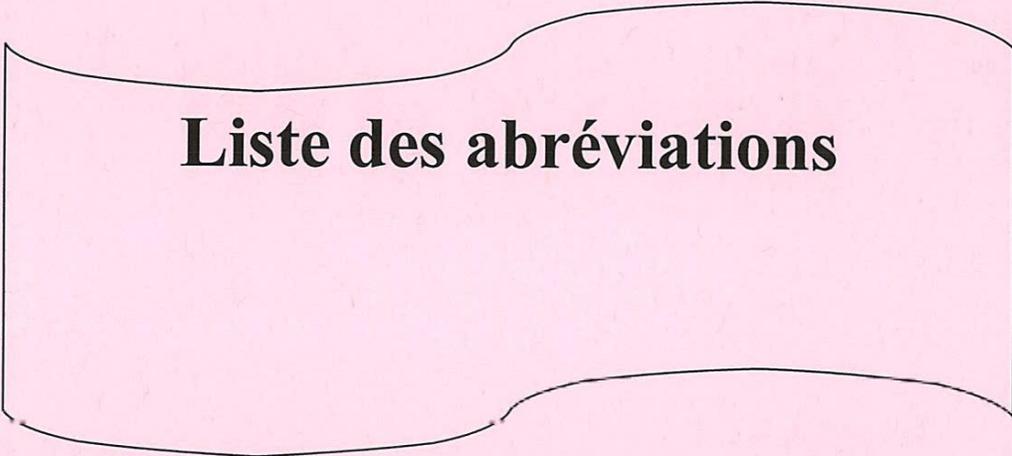
Techniques expérimentales et modes de fabrications

III Méthode d'analyse et appareillage.....	32
III.1 Les différentes étapes de préparation des éprouvettes.....	32
III.1.1 Concassage.....	32
III.1.2 Broyage	33
III.1.3 Tamisage.....	33
III.1.4 Dosage.....	33
III.1.5 Réalisation du mélange.....	33
III.1.6 Malaxage.....	33
III.1.7 Calibrage.....	34
III.1.8 Séchage.....	34
III.1.9 Cuisson.....	34
III.2 Analyse Chimique et Structurale.....	34
III.2.1 Caractérisation par spectroscopie infra rouge.....	34
III.2.1.1 Analyse Infrarouge (ATR).....	34
III.3.1.2 Principe.....	35
III.3 Analyse physique	39
III.3.1 Densité vraie ou absolue.....	39
III.3.2 La densité apparente	39
III.3.3 La porosité ouverte	40
III.3.4 la porosité totale	40
III.3.5 La porosité fermée	41
III.3.6 Absorption d'eau	41
III.3.7 Les Retraits	42
III.3.7.1 Retrait au séchage.....	42
III.3.7.2 Retrait à la cuisson	43
III.3.7.3 Retrait total	43
III.4. Analyse thermique.....	43
III.4.1 Chocs thermiques.....	43
III.5 Analyse mécanique	44
III.5.1 Essai de compression : "Résistance à l'écrasement"	44

CHAPITRE IV

Résultats et discussions

IV.1 Matières premières utilisées	45
IV.1.1 Argile jaune.....	45
IV.1.2 Argile grise.....	45
IV.1.3 Argile Rouge	45
IV.2 Analyse chimique des matières premières.....	46
A-Composition des matières premières.....	46
B- Caractérisation par spectroscopie Infra rouge.....	48
IV.3 Analyse physique.....	50
IV.3.1 Densité vraie ou absolue	50
IV.3.2 La densité apparente	50
IV.3.3 Porosité et absorption d'eau.....	51
IV.3.4 Les retraits	51
III.4 Analyse thermique « Choc thermique ».....	52
IV.5 Analyse mécanique	53
• Essai de compression	53
Conclusion générale.....	54
Références.....	55
Annexes.....	58



Liste des abréviations

Liste des abréviations

Al₂O₃ : Oxyde d'aluminium.

SiO₂ : Oxyde de silicone.

H₂O : Eau.

C.E.C : Capacité d'échange cationique.

Sst : Surface spécifique totale (m²/g).

I_p : Indice de plasticité.

A.I.P.E.A : L'association internationale pour l'étude des argiles.

T-O : Tétraédrique- octaédrique.

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

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

R_T : retrait total.

R_s : retrait au séchage.

R_c : retrait à la cuisson.

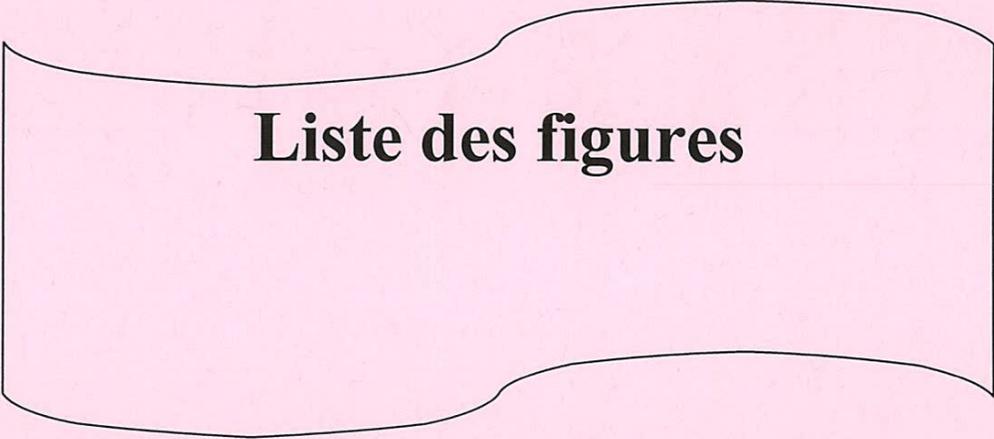
A_{rouge} : Argile de l'importation (ETER/Guelma).

A : Argile grise utilisé à l'ETER de Guelma.

B : Argile de la briqueterie de Bendjarah

C : Argile de la région de Bendjarah

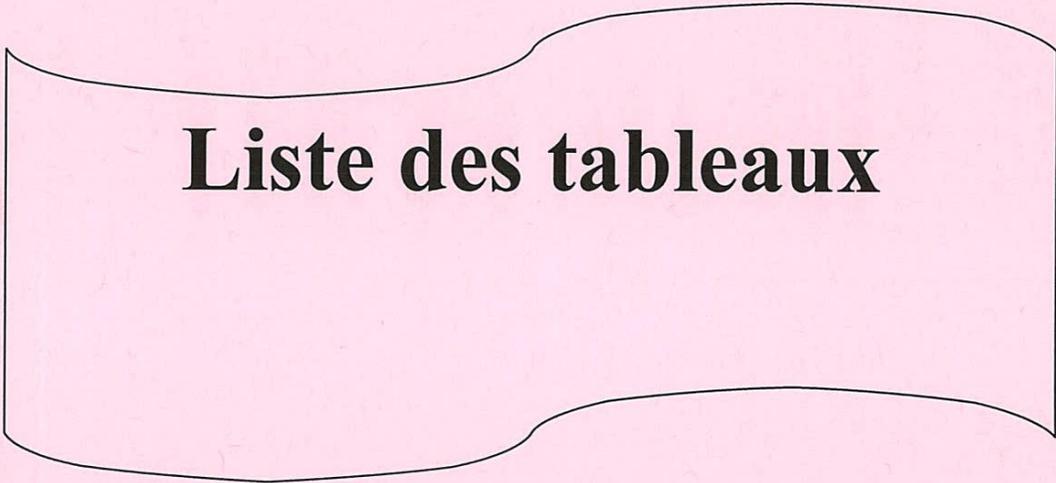
D : Argile de la région de hammam N'Bail.



Liste des figures

Liste des figures

Figure I.1: Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaire dans une argile.....	11
Figure I.2 : Représentation des tétraèdres et des octaèdres.....	12
Figure I.3 : Représentation polyédrale d'un feuillet trioctaédrique(a) et dioctaédrique (b)....	13
Figure I.4 : Photographies au Microscope Electronique à Balayage des argiles.....	15
Figure I.5 : Les principaux minéraux argileux.....	16
Figure I.6 : Schéma de la structure des minéraux argileux fibreux.....	18
Figure II.1 : Etape précédant l'élaboration d'une terre Cuite.....	25
Figure II.2 : Four à briques du XIX ^e siècle en Sologne. Tuilerie de la Bretèche.....	29
Figure II.3 : Extrusion des briques à travers une filière.....	30
Figure II.4 : Route Pāwesin-Riewend pavée de briques, dans le Brandebourg, Allemagne....	30
Figure III.1 : Schéma du procédé de fabrication des éprouvettes.....	32
Figure III.2 : Spectroscopie infra rouge.....	35
Figure III.3 : Schéma illustrant la réflexion interne à l'interface cristal/échantillon.....	35
Figure III.4: Schéma de principe d'IR.....	37
Figure III.5: Modes vibrationnels	38
Figure III.6 : Différents étapes de mesure la densité apparente.....	40
Figure III.7 : Les différentes étapes de mesure de l'absorption.....	41
Figure III.8 : Aspect des éprouvettes dans l'étuve.....	42
Figure III.9: Aspect des éprouvettes après cuisson.....	43
Figure IV.1 : Spectre infrarouge de (AR+AG).....	48
Figure IV.2: Spectre infrarouge des argiles.....	49
Figure IV.3 : Spectre infrarouge des pates.....	49



Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau I.1: Surface spécifique des particules argileuses.....	07
Tableau I.2: Capacité d'échange de cations (C.E.C) et surface spécifique totale (Sst) de quelques argiles.....	08
Tableau I.3 : Activité de différents minéraux.....	09
Tableau I.4 : Classification des minéraux argileux selon la proportion et la composition des couches T et O.....	14
Tableau I.5: Caractéristiques générales et utilisation des céramiques traditionnelles.....	20
Tableau IV.1 : Analyse chimique des argiles A, B, C, D.....	46
Tableau IV.2 : Analyse chimique de les pâtes B, C, D.....	47
Tableau IV.3 : Composition chimique d'une argile utilisée pour la fabrication des produits rouges.....	48
Tableau IV.4 : Résultats des densités vraies	50
Tableau IV.5 : Résultats des densités apparentes.....	50
Tableau IV.6 : Résultats des porosités	51
Tableau IV.7 : Résultats d'absorption d'eau	51
Tableau IV.8 : Résultats des retraits au séchage et à la cuisson.....	51
Tableau IV.9: Résultats des chocs thermiques.....	52
Tableau IV.10 : Résistance à la compression.....	53

Introduction générale

Introduction générale

Du point de vue économique les matériaux extraits de la croûte terrestre à des fins industrielles appartiennent à quatre catégories :

1. Les métaux et les minerais métalliques (Plomb, Zinc, Cuivre, Fer, ...etc.)
2. Les énergies minérales (pétrole, gaz, charbon, uranium)
3. L'eau
4. Un très grand nombre de substances qui n'appartiennent pas à ces catégories, souvent appelées ressources minérales non métalliques.

Le présent travail portera sur le point quatre (4), en présentant quelques argiles de la région de Guelma comme substance utilisée dans la production des produits rouges ou terre cuite.

L'argile est une matière première utilisée depuis l'antiquité. Elle est nécessaire pour la fabrication des objets utilisés dans la vie quotidienne. A l'état de fines particules, les minéraux argileux sont les constituants de nombreuses formations géologiques et des sols particulièrement recherchés pour certains types de cultures. Ils sont au centre des activités des travaux de génie civil. D'autre part la fraction argileuse est utilisée comme matière première par les céramistes en raison de ses propriétés [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 spécifiques qu'elles développent, la présence des charges électriques sur cette surface et surtout l'échangeabilité des cations interfoliaires. Ces derniers, appelés aussi cations compensateurs, sont les principaux éléments responsables de l'hydratation, du gonflement, de la plasticité et de la thixotropie, et ils confèrent à ces argiles des propriétés hydrophiles [2].

Les argiles peuvent être plus ou moins souillées par la roche mère qui leur a donné naissance ; elles peuvent également avoir entraîné dans leur déplacement des minéraux rencontrés sur leur chemin. C'est ainsi que les argiles se présente avec des colorations variées : les plus pures sont blanches, le plus souvent elles sont plus ou moins grises, parfois bleues ou noires, beaucoup sont jaunes, rouges ou brunes [2].

L'abondance de cette matière considérée comme un véritable cadeau de la nature, dans notre pays nous a poussé à faire une étude sur l'argile rouge de l'importation utilisée au niveau de l'ETER SPA et la remplacer par une argile locale.

Notre travail vient compléter les travaux réalisés l'année passée sur une argile de la région de Belkebir, par introduction d'autres types d'argiles, en l'occurrence ; l'argile utilisée à la briqueterie de Bendjarah, l'argile de la région de Bendjarah et celle de la région de hammam N'Bail.

Le mémoire est organisé en quatre chapitres :

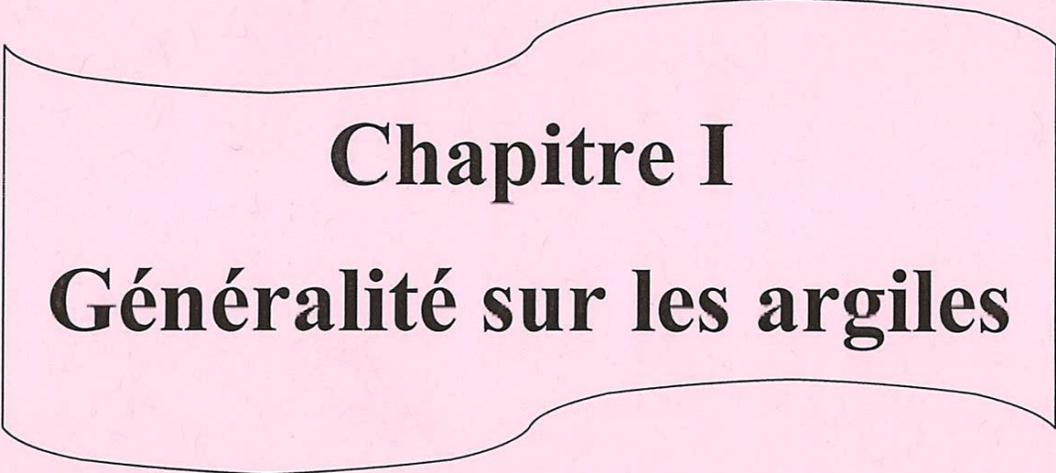
Dans le premier chapitre nous présenterons des notions générales sur les argiles et nous développerons les caractéristiques, la classification et l'utilisation de ces argiles.

Le deuxième chapitre est consacré à l'une des plus importantes utilisations de l'argile qu'est la terre cuite.

Dans le troisième chapitre on exposera l'ensemble des techniques utilisées pour l'analyse et la caractérisation des échantillons.

Les résultats et leurs discussions sont présentés dans le quatrième chapitre.

En conclusion de ce travail, nous ferons un récapitulatif de l'ensemble des travaux effectués et nous dégagerons les diverses perspectives qui permettront peut être de passer à la production future de terre cuite à base d'une argile locale.



Chapitre I
Généralité sur les argiles

I.1 Introduction

L'argile est une matière première utilisée depuis la haute antiquité. L'abondance naturelle et la disponibilité immédiate des argiles expliquent leurs grandes utilisations à travers les temps.

Au début du 18^{ème} siècle, le concept d'argile a été évalué à partir des premières analyses chimiques réalisées sur le Kaolin ; c'est juste au 20^{ème} siècle et grâce aux travaux effectués en diffraction de rayons X et en granulométrie que les chercheurs ont pu donner la définition correcte de l'argile.

De nos jours l'utilisation des argiles, notamment celles qui sont riches en SiO_2 et Al_2O_3 , connaît un nouvel essor dans la construction, dans la céramique industrielle et artisanale, dans l'industrie pharmaceutique et dans la poterie.

Les matériaux argileux constituent souvent des mélanges naturels complexes de minéraux dont la granulométrie et les propriétés physico-chimiques sont très variables [3].

Les critères de choix des utilisateurs sont moins liés à la composition chimique globale des matériaux argileux qu'à leurs comportements pendant les différentes étapes de la fabrication des produits céramiques.

Les minéraux argileux et les argiles sont étudiés dans de nombreux domaines tel que: céramique, agriculture.... Pour les géologues, les argiles apportent des informations sur les conditions environnementales (source, condition de formation, diagenèse ...). Les ingénieurs pétroliers, déduisent les conditions thermiques des gisements (degré de maturation), les ingénieurs civils, s'intéressent aux propriétés des argiles en tant que matière industrielle (réfractaires, matériaux de construction), tandis que les agronomes, analysent les propriétés d'hydratation et d'adsorption des argiles pour concevoir les fertilisants [3].

Quelque soit la discipline, la structure cristalline des argiles est importante, car elle est responsable des propriétés spécifiques du minéral.

I.2 Histoire des sciences

La notion commune d'argile, aujourd'hui paradoxalement polysémique et très complexe, provient de la science conquérante et/ou vulgarisée au XIX^e siècle. L'argile pure était présentée comme une matière type blanche, compacte, douce au toucher, plus ou moins difficilement fusible, avec quelques propriétés emblématiques, dont la plasticité, la contraction et le retrait dimensionnel à la chaleur, l'avidité d'eau de cette matière après calcination et même de surcroît une composition chimique moyenne $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [4].

Historiquement, en géologie et science du sol, le terme argile correspond à l'ensemble des minéraux présentant une taille inférieure à 2 μm dans une roche. Cette coupure granulométrique est héritée des études pétrographiques effectuées par microscopie optique à la fin du XIX^e siècle. Les cristaux présentant alors une taille inférieure à 2 μm n'étaient pas reconnaissables et classés sous l'appellation argiles. Aujourd'hui, l'appellation argile diffère en fonction des domaines d'étude. Ainsi, en géotechnique, où l'on s'intéresse avant tout au comportement mécanique des sols, on désigne par argile les matériaux de granulométrie inférieure à 4 μm (entre 4 et 50 μm , on parle de limon). En science des argiles, l'argile ne correspond pas à une coupure granulométrique, mais à des minéraux. Le terme est alors utilisé pour décrire les phyllosilicates et plus particulièrement les minéraux argileux [5].

Ces derniers sont classés en trois grandes familles selon l'épaisseur des feuillets (0,7, 1 ou 4 nm), qui correspondent à un nombre de couches d'oxydes tétraédriques (Si) et octaédriques (Al, Ni, Mg, Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn, Na, K, etc.). L'interstice entre feuillets peut contenir de l'eau ainsi que des ions. Il en résulte des variations de la distance entre feuillets, et donc des variations dimensionnelles macroscopiques de l'argile quand elle s'hydrate (dilatation) ou s'assèche (contraction) pouvant provoquer des fissures. Un matériau sec qui contient beaucoup de minéraux argileux « happe à la langue » (absorbe de l'eau en formant une pâte plastique),

L'argilite est une roche sédimentaire composée pour une large part de minéraux argileux, en général des silicates d'aluminium plus ou moins hydratés présentant une structure feuilletée (phyllosilicates) expliquant leur plasticité, ou fibreuse (sépiolite et palygorskite) expliquant leurs qualités d'absorption [5].

Les scientifiques observateurs des métiers expliquent globalement les propriétés des argiles par ces mélanges et justifient les noms techniques ou traditionnels (argiles plastiques, argiles smectiques, argiles figulines, marnes ou limons) que les professionnels ou les artisans ou maîtres paysans emploient, avec des indications complémentaires de pureté ou de proportions, de

propriétés des matières additives naturelles ou artificielles. Plus une argile technique contient de chaux et/ou d'oxydes de fer, plus sa fusibilité est grande [4].

I.3 Définition

Le terme argile trouve son origine dans le mot grec argilo dérivé de argos qui signifie blanc, puis sa traduction en latin : argilla. Cette nomination par les anciens est semble-t-il due à la couleur du matériau utilisé en céramique [6].

L'argile brute contient généralement des particules élémentaires dont le diamètre des grains est inférieur à 2 micromètre ($< 2\mu\text{m}$) qui représente les individus cristallins (phase minérale pure) appelés minéraux argileux responsable de ses propriétés tel que le gonflement, la plasticité et les propriétés d'adsorption. Mais dans les sols, ces particules élémentaires sont en général liées entre elles par des ciments de nature très diverse (carbonates, composés organiques, composés minéraux amorphes ou oxydes et hydroxyde de fer et d'aluminium, quartz feldspaths) au sein d'agrégat de tailles beaucoup plus grandes [7].

I.4 Origines des argiles

I.4.1 L'héritage

Le minéral argileux est directement issu de la roche mère sans modification de ses caractéristiques cristallographiques. C'est un minéral argileux primaire (micas et illite de plusieurs dizaines de microns ; chlorite trioctaédrique

I.4.2 La transformation

Les conditions de surface entraînent une modification des caractéristiques cristallographiques du minéral argileux, néanmoins sa structure de base originelle reste conservée.

I.4.3 La néoformation

Les conditions de surface entraînent la dissolution des minéraux primaires contenus dans la roche mère (argileux et/ou non argileux). Les cations et anions issus de cette dissolution passent dans la solution du sol. Si les conditions de nucléation et de croissance d'un minéral argileux sont réunies, un nouveau minéral argileux est formé dans le sol. Le minéral argileux est dans ce cas un minéral argileux secondaire néoformé (kaolinite des sols latéritiques, smectite des vertisols en bas de toposéquence) [8].

I.5 Formation 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 fine. Les conditions dans lesquelles cette dégradation a eu lieu, ainsi que l'état d'avancement de cette dégradation peuvent expliquer la grande diversité des argiles [9].

I.6 Propriétés des argiles

Les minéraux argileux se caractérisent par quatre propriétés principales [10] :

1. Formes et surfaces spécifiques.
2. Capacités d'adsorption d'eau et de gonflement.
3. Multiples possibilités d'échanges cationiques.
4. Activité des argiles.
5. Plasticité

I.6.1 Forme et surface spécifique

Les argiles se présentent sous trois formes :

- En flocons, caractérisés par une même dimension dans les deux directions et une épaisseur équivalente à 1/20 ième de la longueur.
- En latte, avec une dimension plus longue, épaisseur toujours équivalente à 1/20 ième de la longueur.
- En aiguilles, deux dimensions identiques et la troisième beaucoup plus grande (assez rare).

La fine taille des argiles leur confère une surface spécifique importante par rapport au volume des particules. La surface relative augmente avec la diminution du diamètre. La surface des argiles est supérieure à celle des minéraux de même taille mais de formes différentes.

Le rapport épaisseur/largeur est de l'ordre de 20 pour les argiles. Les propriétés des argiles sont principalement contrôlées par leurs surfaces.

Les particules d'argiles présentent des surfaces spécifiques très importantes et peuvent de ce fait attirer un grand nombre de molécules d'eau et d'ions, et exercer entre elles d'importantes forces d'interactions. Ces forces influent amplement sur le comportement mécanique des argiles.

L'intensité de la charge électrique est liée à la surface spécifique de la particule. Dans le cas des argiles, cette surface varie entre 10 à 20 m²/g et peut atteindre 800 m²/g dans le cas de la montmorillonite sodique.

(Le tableau I.1) regroupe les valeurs caractéristiques des surfaces des grandes familles argileuses. La surface totale comprend la surface externe, comprise entre les particules argileuses, et la surface interne, correspondant à l'espace inter foliaire.

Les smectites ont les surfaces totales maximales: surface Smectites > Vermiculites >>> Illites > Kaolinites = Chlorites.

Tableau I.1: Surface spécifique des particules argileuses [8].

Surface spécifique (m ² /g)			
Argile	Interne	Externe	Totale
Smectite	750	50	800
Vermiculite	750	<1	750
Illite	5	25	30
Kaolinite	0	15	15
Chlorite	0	15	15

I.6.2 Degré d'hydratation

Le degré d'hydratation varie d'une famille argileuse à une autre. Certains minéraux argileux ont la capacité d'incorporer dans leur structure des molécules d'eau. Cette eau modifie la dimension de la couche en provoquant son gonflement. Ces argiles sont appelées argiles gonflantes. Les smectites, vermiculites et minéraux interstratifiés offrent des capacités d'expansion beaucoup plus importantes que celles des autres espèces argileuses.

L'incorporation d'eau est réversible à la pression atmosphérique et dépend de la température et de la pression de vapeur. Plus l'air est humide, plus l'argile pourra incorporer de l'eau.

Les minéraux gonflants ont une structure de base à 10 Å. Selon l'hydratation, une couche d'eau de 2.5 ou 5.2 Å d'épaisseur se développe.

Cette hydratation conduit à une augmentation de volume pouvant atteindre 95%. Notons qu'il existe des minéraux comprenant de l'eau adsorbée mais qui n'ont pas pour autant de propriétés de gonflement. Dans un climat à saisons contrastées la présence de smectites conduit à la

déstructuration du sol: en hiver les smectites gonflent; en été les smectites se déshydratent et entraînent la formation de larges fissures [11].

I.6.3 Capacité d'échange cationique

Les liaisons entre les particules des sols formant les minéraux argileux sont influencés par la magnitude de la charge négative résiduelle des minéraux (dus aux substitutions isomorphiques) dans le réseau cristallin, de la concentration et de la distribution des cations disponibles pour équilibrer cette charge. La capacité d'échange représente donc, la charge (sous forme de cations attirés à la surface de la particule) nécessaire pour l'électroneutralité. La capacité d'échange cationique est exprimée en milliéquivalents par 100 g d'argile.

Les mesures expérimentales de cette capacité d'échange effectuées à titre d'exemple pour la montmorillonite et pour la Kaolinite par ont mis en évidence l'influence du pH de l'eau du sol sur cette propriété.

(Le tableau I.2) regroupe, les valeurs de surface spécifique et de la capacité d'échange des différentes familles d'argile pour une solution neutre (pH = 7).

Tableau I.2: Capacité d'échange de cations (C.E.C) et surface spécifique totale (Sst) de quelques argiles.

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

I.6.4 Activité des argiles

Skempton [12] , a considéré que les valeurs des limites d'Atterberg sont liées à la quantité d'eau retenue à la surface des particules et donc à la quantité d'argile présente dans le sol .Cet auteur a défini l'activité d'une argile par le rapport de l'indice de plasticité (I_p) et du pourcentage des éléments inférieurs à deux microns (C₂ < 2 μm).

$$A_1 = I_p / C_2$$

Avec :

A_1 : Activité d'après Skempton:

I_p : Indice de plasticité

C : Paramètre de cohésion

Skempton [12], a proposé la nomenclature suivante:

- Argile inactives : les argiles qui ont une activité inférieure à 0,75. Ces argiles sont à base de Kaolinite, ou des argiles contenant peu de minéraux argileux.
- Argile normale : les argiles qui ont une activité comprise entre 0,75 et 1,25.
- Argile active : les argiles une activité comprise entre 1,25 et 2.
- Argile très actives : ont une activité supérieure à 2.

En ce qui concerne les argiles compactées, Seed et al [13] a introduit une modification à la définition de Skempton [12] sous la forme suivante :

$$A_2 = I_p / (C_2 - n)$$

Avec :

A_2 : Activité d'après Seed et al

C_2 : Pourcentage des éléments inférieur à deux microns (%)

$n = 5$ cas des sols naturels ;

$n = 10$ cas des sols reconstitués ;

(Le tableau I.3) présente le minéral prédominant dans la matrice argileuse basant sur l'activité.

L'activité d'un sol dépend essentiellement de sa composition minéralogique : le type et la quantité du minéral argileux, de la teneur d'argile et des ions échangeables [14].

Tableau I.3 : Activité de différents minéraux.

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

1.6.5 Plasticité des argiles

La plasticité de l'argile, sur laquelle repose toute l'industrie céramique, peut être définie comme la propriété en vertu de laquelle la matière peut être déformé sous l'action d'une force déterminée et conserver cette forme quand la force agissante est supprimée.

Les pâtes argileuses doivent être déformables pour pouvoir être façonnées par tournage ou moulage ; mais cette déformation ne doit commencer à se produire que sous un certain effort sans quoi les objets façonnés se déformeraient sous leur propre poids et s'effondreraient en une masse informe.

Beaucoup de matières sont plastiques mais les argiles sont presque les seules pour lesquelles la plasticité est liée à la présence de l'eau [15].

➤ Mesure de la plasticité

La plasticité des argiles, fonction de nombreux facteurs, est une propriété difficile à mesurer.

En réalité, il n'y a aucun moyen précis de la faire, bien que de nombreux procédés aient été proposés pour y arriver [15].

Le défaut des diverses méthodes de mesure réside dans le fait qu'elles ont cherché surtout à mesurer une composante totale ou presque totale des divers efforts.

Les méthodes connues reposent sur la détermination des limites de l'état plastique, de la malléabilité et du pouvoir liant qui n'ont pas de caractéristiques qui les différencient nettement les unes des autres.

Beaucoup d'entre elles ne mesurent cependant pas la plasticité proprement dite.

Bien qu'il y ait une remarquable coïncidence entre la valeur de la résistance à la traction d'une argile sèche et la plasticité de la pâte qu'elle donne, on ne peut se baser essentiellement sur cette propriété.

Il n'est pas logique non plus de s'en référer au pouvoir liant d'une argile ou d'un mélange d'argiles car cette propriété n'est pas nécessairement en connexion avec la plasticité [15].

Si enfin la plasticité est considérée sous l'angle de la possibilité de déformation plus ou moins aisée d'une pâte, la seule façon logique de l'évaluer est de nature mécanique : elle doit prendre en considération la pression de déformation dans une mesure déterminée et pendant un temps donné. Cette méthode applicable à certains cas ne donne pas, néanmoins, de mesure exacte de la plasticité [15].

Atterberg [16], s'est forcé de définir les limites de l'état plastique pour les argiles. Cette méthode est basée sur le fait que la plasticité d'une pâte ou d'une argile est proportionnelle à la quantité d'eau qu'elle contient.

I.7 Structure minéralogique des argiles

I.7.1 Minéraux argileux

Les minéraux argileux sont des silicates hydratés (il s'agit généralement de silicates d'aluminium mais parfois de silicates de magnésium) dont la structure feuilletée permet de les ranger dans la famille de phyllosilicate [17].

Les phyllosilicates sont pour les plupart des aluminosilicates (oxydes de silicium et d'aluminium). Comme le sont également les zéolites et sont classés en fonction de leur structure microscopique obtenue par diffraction de rayon X [18].

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

Les plans : sont constitués par les atomes.

- Les couches : association de deux plans d'atomes d'oxygène et/ou d'hydroxyle formant des couches de tétraèdre ou des couches d'octaèdre.
- Les feuillets correspondent à des combinaisons de couches.
- L'espace interfoliaire : c'est le vide séparant deux feuillets de même structure, il peut être occupé par des cations (éventuellement hydratés).
- Le cristal : résulte de l'empilement de plusieurs couches [6]:

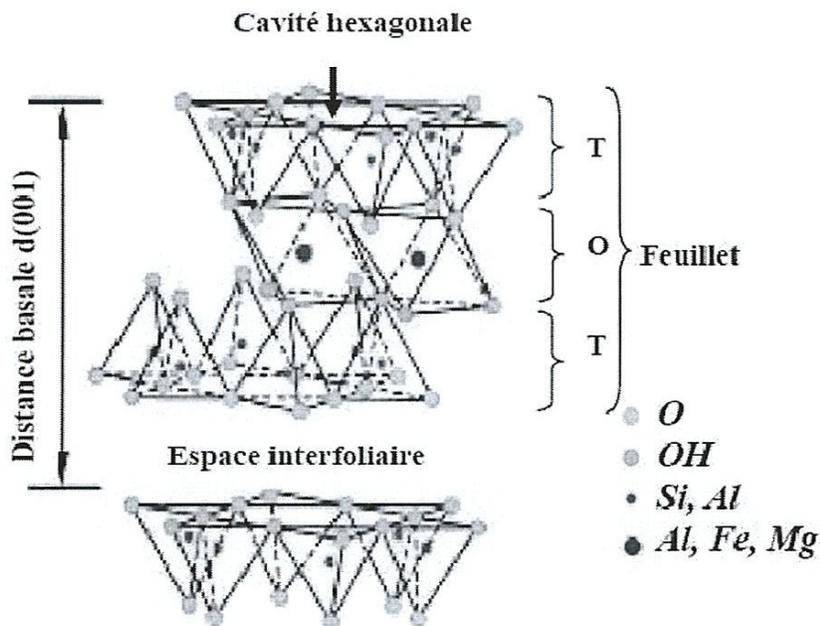


Figure I.1: Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaire dans une argile (cas d'une smectite) [6].

I.7.2 La couche du tétraèdre de silice

Dans l'élément tétraédrique, l'ion central est la silice (Si^{+4}) qui est entouré par 4 ions d'oxygène (O^{2-}) (figure I.2) Les tétraèdres sont liés ensemble par leurs bases en partageant un ion d'oxygène entre deux tétraèdres pour former une couche tétraédrique. La formule générale de cet ensemble est $n[(\text{Si}_2\text{O}_5)^{-2}]$ [19].

I.7.3 La couche d'octaèdre d'aluminium ou éventuellement de magnésium

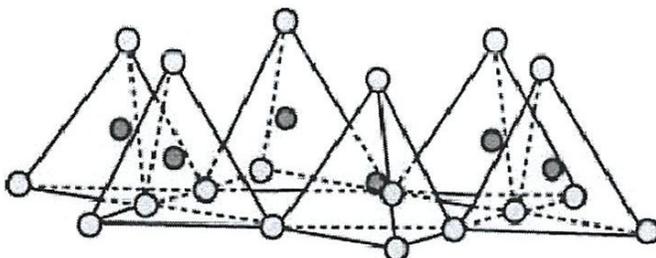
Dans l'élément octaédrique, l'ion central est soit un ion d'aluminium (Al^{+3}), soit un ion de magnésium (Mg^{+2}). Ces derniers sont entourés par six ions d'hydroxyde (OH^-) (figure I.2)

Les unités octaédriques sont liées ensemble de telle sorte que chaque groupement fonctionnel (OH^-) est partagé entre 3 unités octaédriques.

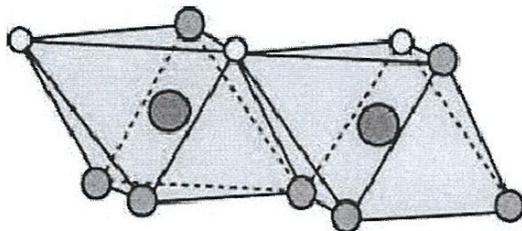
La formule générale de ce groupement est $n[\text{Al}_2(\text{OH})_6]$ ou $n[\text{Mg}_3(\text{OH})_6]$ [19]

Les vides octaédriques peuvent eux aussi recevoir des ions tel que Al^{3+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} et Fe^{2+} . Quant tous ces derniers sites sont occupés par des ion divalent (Mg^{2+} , Fe^{2+}) on dit que le minéral est dioctaédrique. Par contre si 2/3 de ces sites sont occupés par des ions trivalents on dit du minéral qu'il est trioctaédrique (figure I.3) [6].

Couche tétraédrique



Couche octaédrique



- M
- Z
- Oxygène
- Hydroxyle

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

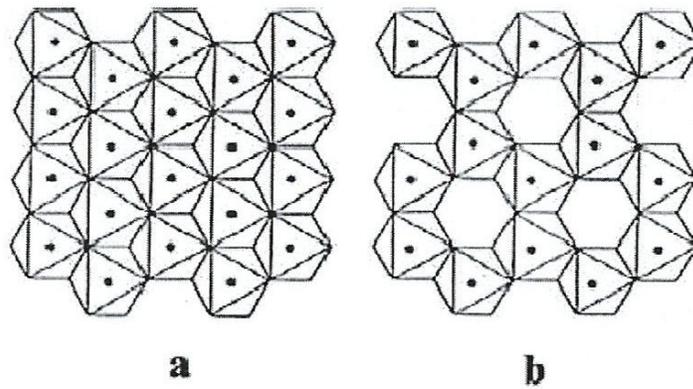


Figure I.3 : Représentation polyédrale d'un feuillet trioctaédrique(a) et dioctaédrique (b) [21].

I.8 Classification des minéraux argileux

La classification des argiles et leur nomenclature dépendent de leur composition chimiques et de l'ordre structural. La classification adoptée par le comité de nomenclature de l'Association Internationale pour l'Etude des Argiles (AIPEA) varie avec les données structurales. Suivant le mode d'agencement des tétraèdres et des octaèdres on distingue deux grandes familles de minéraux :

- 1) Les minéraux fibreux qui sont des espèces à pseudo feuillets, par exemples les palygorskites (attapulgite) et les sépiolites.
- 2) Les minéraux phylliteux à structures lamellaires. Ces derniers sont les plus répandus et les plus étudiés. Leur classification est basée sur le mode d'association des couches structurales et le degré d'occupation des sites de la couche octaédrique (di ou tri octaédrique).

Selon la séquence d'empilement des couches tétraédriques et octaédriques on distingue des minéraux de type 1/1 (T-O), 2/1 (T-O-T) et 2/1/1(T-O-T-O) tableau I.4 [22].

Tableau I.4 : Classification des minéraux argileux selon la proportion et la composition des couches T et O [23].

Feuillet	Charge par maille	di octaédriques	tri octaédriques
1 : 1	0	Kaolinite $(\text{Si}_4)(\text{Al}_4)\text{O}_{10}(\text{OH})_8$	Antigorite $(\text{Si}_4)(\text{Mg}_3)\text{O}_{10}(\text{OH})_8$
	0		Berthierines $(\text{Si}_{4-x}\text{Al}_x)(\text{Mg}^{2+}_{6-x}\text{M}^{3+}_x)\text{O}_{10}(\text{OH})_8$
	0	Pyrophyllite $(\text{Al}_4)(\text{Si}_8)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$	Talc $(\text{Si}_5)(\text{Mg}_6)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$
2:1	0,4 à 1,2	SMECTITES	
		Montmorillonite $\text{M}^+_y(\text{Si}_5)(\text{Al}_{4-y}\text{Mg}_y)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$	Hectorite – Stevensite $\text{M}^+_x(\text{Si}_8)(\text{Mg}_{6-y}\text{Li}_y)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$
		Beidellite/ $\text{M}^+_x(\text{Si}_{8-x}\text{Al}_x)(\text{Al}_4/\text{Fe}_4)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$	Saponite $\text{M}^+_x(\text{Si}_{8-x}\text{Al}_x)(\text{Mg}_6)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$
	1,2 à 1,8	Illites $\text{K}^{x+y}(\text{Si}_{8-x}\text{Al}_4\text{M}^{2+}_y)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$	Vermiculites $\text{M}^{x+y}(\text{Si}_{8-x}\text{Al}_x)(\text{Mg}_{6-y}\text{M}^{3+}_y)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$
	2	MICAS	
		Muscovite $\text{K}^+_2(\text{Si}_6\text{Al}_2)(\text{Al}_4)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$	Phlogopite $\text{K}^+_2(\text{Si}_6\text{Al}_2)(\text{Mg}_6)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$
	4	Margarite $\text{Ca}^{2+}_2(\text{Si}_4\text{Al}_4)(\text{Al}_4)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$	Clintonite $\text{Ca}^{2+}_2(\text{Si}_4\text{Al}_4)(\text{Mg}_6)\text{O}_{20}(\text{OH})_4$

I.9 Les principaux types des argiles

Les argiles les plus importantes pour la terre cuite :

I.9.1 La kaolinite

Associe, dans son feuillet, une couche de tétraèdres à cœur de silicium et une couche d'octaèdres à cœur d'aluminium, la feuillet est neutre. La distance de la surface d'un feuillet à l'autre est de 0.7 nm.

La formule chimique structurale est. $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5 (\text{OH})_4$ [8].

I.9.2 Les illites

Associé, comme les micas, une couche octaédrique surtout alumineuse à deux couches tétraédriques surtout siliceuses. Mais les ions Al peuvent remplacer Si, et des ions Mg et Fe peuvent remplacer Al le feuillet n'est plus équilibré, et des ions K viennent le saturer en position inter foliaire. L'équidistance réticulaire est de 1nm la formule générale des illites est donc $K^{x+y}(Si_{8-x}Al_{4-y}M^{2+}_y)O_{20}(OH)_4$. La glauconite est l'iso type ferrique de l'illite [8].

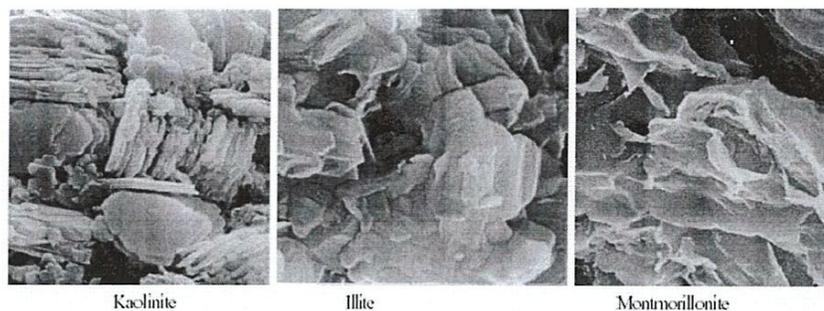


Figure I.4 : Photographies au Microscope Electronique à Balayage des argiles [8].

I.9.3 Les Smectites

Ancienne famille des montmorillonites forment une famille nombreuse, bâtie sur le même modèle que les illites, mais l'empilement des feuillets élémentaires est désordonné : chaque feuillet est tourné dans son plan par rapport au précédent. Ce désordre et la faible charge des feuillets facilitent leur écartement. Peuvent se loger dans cet espace inter foliaire des cations divers ; des molécules d'eau et des molécules organiques, d'encombrement variable. C'est pourquoi l'équidistance réticulaire peut varier de 1 à 1.8 nm. Toute une systématique est construite pour décrire et nommer la variété des smectites [8].

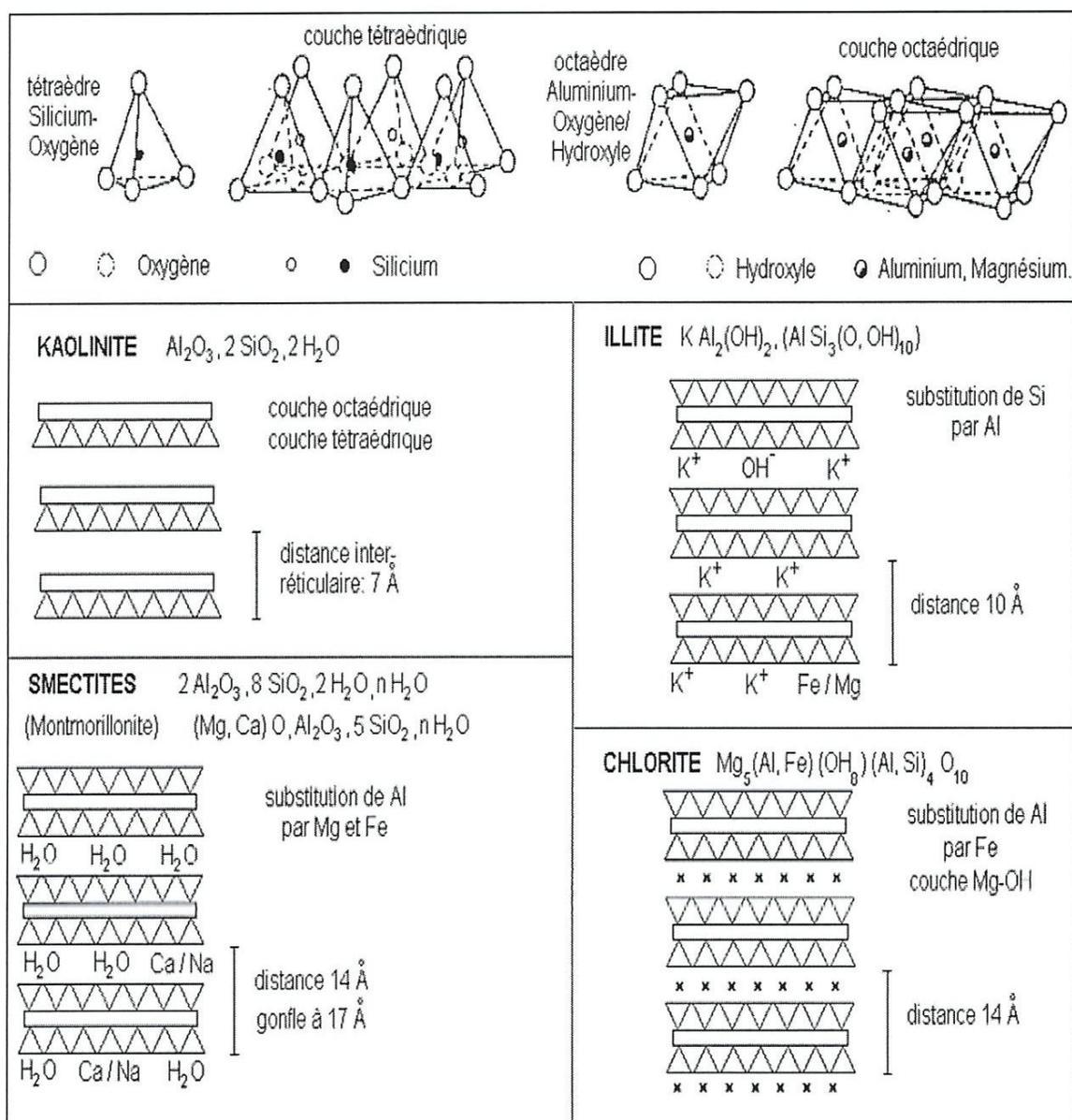


Figure I.5: Les principaux minéraux argileux [8].

I.9.4 Les chlorites

Sont construites sur un modèle analogue à celui des illites, des chlorites et, donc, des micas. Mais l'espace interfoliaire est garni d'une couche continue d'hydroxydes de natures variées cette couche octaédrique supplémentaire est stable et l'équidistance réticulaire est fixe à 1,4 nm [8].

I.9.5 La vermiculite

Fréquente dans les sols de la zone tempérée. La couche octaédrique contient du Fe et du Mg. La vermiculite est proche des illites et chlorite mais montre des propriétés gonflantes [8].

I.10 Les argiles fibreuse

La structure des minéraux fibreux se présente sous la forme dite en pseudo-feuillets ou en briques creuses, (Figure I.6) Leur faciès fibreux résulte d'une discontinuité du feuillet selon l'axe b. Ce pseudo-feuillet est constitué de plans continus d'oxygène. Dans ces plans, les oxygènes sont aux sommets d'un hexagone plus ou moins régulier. Entre deux plans continus d'oxygène, on trouve deux plans discontinus formés d'oxygène et d'hydroxyle. L'empilement des deux plans discontinus forme des octaèdres enchevêtrés créant ainsi un ruban. Cette rupture donne naissance à des lacunes qui forment des canaux structuraux entre des rubans. Les oxygènes du plan continu forment la base du tétraèdre dont la pointe est constituée par un oxygène du ruban. Au niveau de la transition entre deux rubans voisins, on assiste à une inversion de l'orientation des tétraèdres SiO_4 . La largeur de ces rubans est caractéristique de chaque minéral de cette famille. On distingue deux types de minéraux argileux fibreux:

- la palygorskite (appelée aussi attapulgite) dans laquelle l'empilement des deux plans discontinus fait apparaître un ruban à cinq octaèdres (Figure I.6.a) Les particules ont la forme d'aiguilles rigides.
- la sépiolite au sein de laquelle l'empilement des deux plans discontinus fait apparaître un ruban à huit octaèdres (Figure I.6.b) Les particules ont la forme de fibres flexibles.

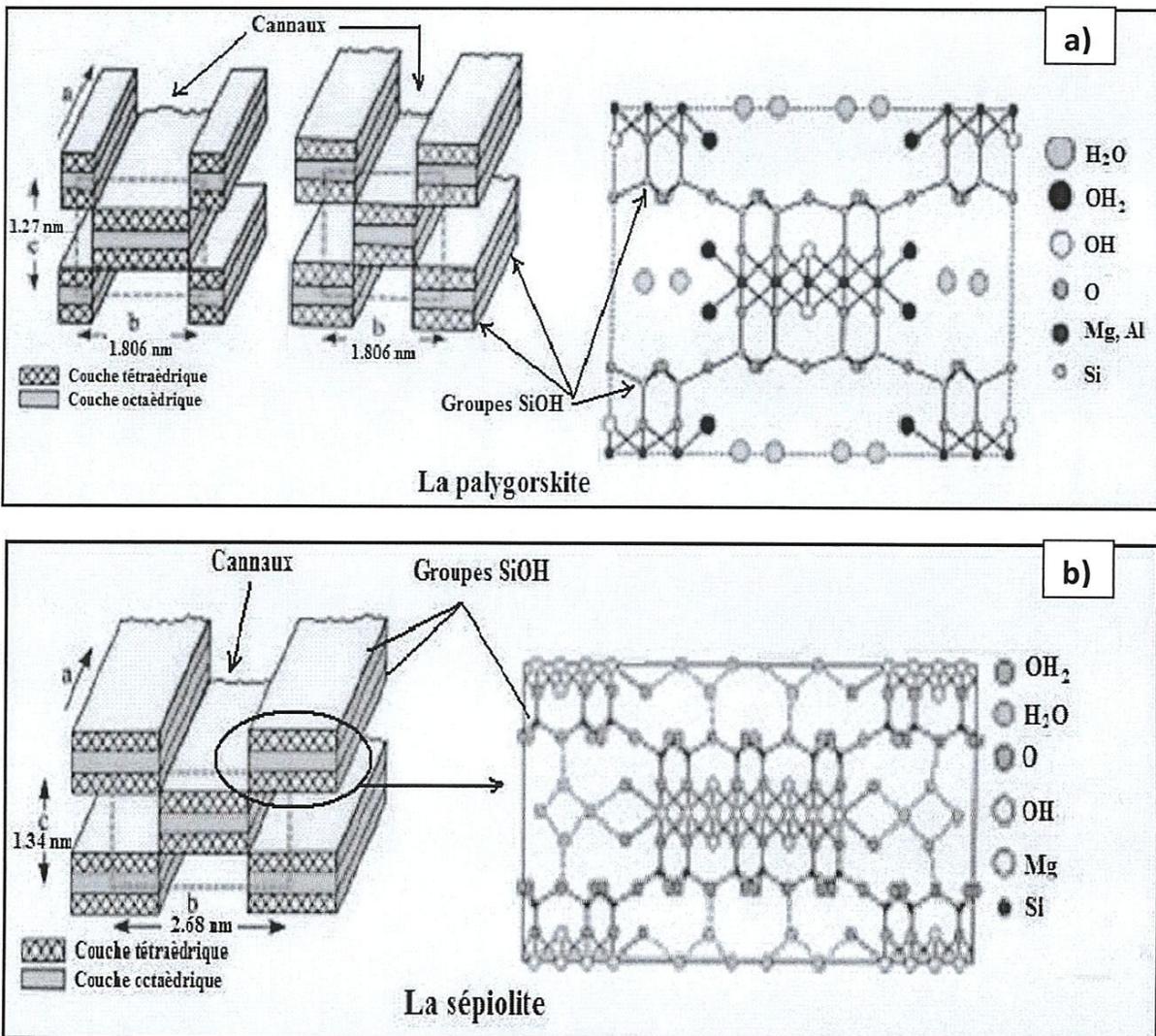


Figure I.6 : Schéma de la structure des minéraux argileux fibreux: a) palygorskite et b) sépiolite montrant des rubans formés de pseudo-feuillets 2:1 (ou TOT) de deux couches tétraédriques (T) prenant en sandwich une couche octaédrique (O). Les rubans sont connectés par les oxygènes apicaux des couches tétraédriques [24].

La palygorskite est riche en Mg et Al; sa formule se présente comme $\text{Si}_8\text{O}_{20}\text{Al}_2\text{Mg}_2(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_4$. En revanche, la sépiolite est purement magnésienne; sa formule est $\text{Si}_6\text{Mg}_4\text{O}_{15}(\text{OH})_2 6\text{H}_2\text{O}$ [24].

Les substitutions isomorphiques de Si par Al dans les couches tétraédriques de ces minéraux fibreux sont limitées. Al et Fe se substituent à Mg dans la couche octaédrique notamment dans la palygorskite. Pour une palygorskite à caractère dioctaédrique prédominant, les ions Mg^{2+} tendent à occuper les sites de bords (M3) tandis que les ions Al^{3+} , relativement plus petits, et éventuellement les ions Fe^{3+} , occupent les sites intérieurs (M2) tandis que les sites M1 restent

vacants Figure I.6. Par ailleurs, pour des palygorskites à caractère mixte di-trioctaédrique, Suarez et Garcia-Romero [24], proposent que les ions Al^{3+} et Fe^{3+} peuvent occuper les sites M2 alors que les ions Mg^{2+} peuvent exister dans tous les sites M1, M2 et M3. Une faible teneur de cations échangeables Ca^{2+} et Mg^{2+} ainsi que des quantités variables d'eau zéolitique sont contenues dans les canaux rectangulaires. En plus de l'eau zéolitique, des molécules d'eau liées se localisent aux bords des rubans, complétant la coordination des cations octaédriques Mg [24].

I.11 Domaines d'utilisation des argiles

Leur importance économique est considérable puisqu'elles sont employées dans de nombreuses industries : céramique, porcelaine, briques et tuiles, ciments, réfractaires et produits émaillés, fonderie, chimie, affinage, boues de forage, colorants, adsorption de matières organiques, pigments.

Les argiles employées dans les différentes fabrications énumérées ci-dessus sont très variables en nature et en composition. Elles sont constituées par une fraction argileuse et une fraction non argileuse (quartz, feldspaths, minéraux lourds, oxydes de fer et d'alumine, matières organiques).

Les principaux gisements d'argiles sont soit autochtones, soit allochtones. Les différentes variétés peuvent avoir les utilisations suivantes:

- Les kaolins (kaolinite et halloysite), en céramique, charges notamment pour le papier, le caoutchouc... et couchage du papier, réfractaires;
- Les argiles à tuiles et briques, en poterie, produits réfractaires ;
- Les argiles réfractaires et à poterie, en poterie et produits réfractaires, également en briqueterie, comme charges (peintures, insecticides), boues de forages, en chimie et comme abrasifs artificiels;
- les bentonites, en fonderie, bouletage des minerais pour les insecticides et les fongicides, en filtration, boues de forages, chimie, adsorbants;
- les terres à foulon, pour les insecticides et les fongicides, la filtration, la chimie, les boues de forage, l'adsorption [8].

Le tableau suivant regroupe les principales utilisations :

Tableau I.5: Caractéristiques générales et utilisation des céramiques traditionnelles [21].

Type	Température de cuisson (°C)	Caractéristiques Générales	Exemples d'utilisation
Terres cuites	950-1050	Porosité : 15-30 % ; émaillées ou non	Briques, tuiles, conduits de fumée, tuyaux de drainage, revêtements de sols et de murs et poteries
Faïences	950-1200	Porosité : 10-15 % ; surface émaillée; opaques	Equipements sanitaires, vaisselle et carreaux
Grès	1100-1300	Porosité : 0,5-3 % ; surface vitrifiée	Carreaux de sols, tuyaux, appareils de chimie et équipements sanitaires
Porcelaines	1100-1400	Porosité : 0-2 % ; surface vitrifiée ou non ; translucides	Vaisselle, appareils de chimie et isolateurs électriques

I.12 Coloration des argiles

La coloration d'une argile à l'état cru n'a en général pas grande importance. Il en est autrement quand elle est cuite et la teinte obtenue dans ces conditions peut être déterminante de son emploi.

La coloration que prennent les argiles après cuisson est fonction de nombreux facteurs. Elle mérite de retenir quelque peu l'attention.

La coloration d'une pièce est due au fait que, quand des rayons de lumière tombent sur elle, certains sont absorbés tandis que d'autres sont réfléchis, la nature de ces derniers donnant à l'objet une couleur déterminée : sont rouges, par exemple, ceux qui réfléchissent les rayons rouges [15].

L'absorption complète des rayons conduit au noir ; la réflexion complète, au blanc. La coloration peut être obtenue par différents moyens et un objet peut se présenter sous des aspects variés selon les conditions dans les quelles il se trouve.

I.12.1 Colorations rouges et jaunes

Certaines argiles sont de coloration jaunâtre ou rougeâtre, colorations couramment dues à la limonite ou à l'hématite qu'elles contiennent.

La teinte est fonction de leur degré d'oxydation, de leur proportion, de leur degré de subdivision. Ces argiles communiquent leur teinte aux pièces qu'on en fabrique, teinte plus ou moins variable, selon les conditions de mise en œuvre et pouvant aller du jaune ou rouge vif.

Les oxydes de fer à la cuisson peuvent s'engager dans de nombreuses combinaisons. En atmosphère oxydante à haute température on a ordinairement, à côté de composé complexes, de l'oxyde ferrique, qui communique aux produits une teinte rouge caractéristique.

Celle-ci est souvent affectée par la présence, dans la terre, de composé variable qu'elle comporte comme impuretés et dont l'action n'est pas douteuse.

Plus importante cependant que la teneur réelle en oxyde de fer, sont sa finesse et sa répartition dans la masse.

Des expériences tout à fait déterminantes ont été faites à ce sujet : une argile imbibée d'une solution de sel de fer qui pénètre toute la masse, prend une coloration uniforme ; l'hématite pulvérisée et mélangée à l'argile donne, pour la même proportion de fer, une coloration moins intense et les gros grains de matière produisent des taches, le restant de l'argile n'étant que peu coloré [15].

Pour produire la coloration caractéristique des argiles se calcinant en rouge, il importe donc que les composés de fer existants se trouvent dans la masse à l'état très ténu et soient répartis très uniformément dans celle-ci.

Les grosses particules ne colorent intensément que la matière qui se trouve dans leur voisinage immédiat.

C'est pour cela du reste que la coloration d'une argile ne peut matériellement pas être obtenue par addition d'oxyde. Dans les argiles se calcinant en rouge, les composés de fer sont à l'état tellement ténu et disséminés à un point tel qu'il est presque impossible de réaliser une masse analogue par des moyens artificiels.

La coloration produite par les composés du fer est fortement influencée par la cuisson. La température, sa durée d'action, la nature des gaz de combustion et l'atmosphère du four, points sur lesquels nous reviendrons, sont tout à fait déterminants.

Le rouge le plus beau et le plus brillant s'obtient en chauffant lentement les pièces en atmosphère oxydante de façon à éviter toute réduction des composés ferrique en composés ferreux par les matières carbonées présentes, d'abord, ensuite, de réaliser l'ambiance indispensable au maintien de ce dernier état.

La température joue un rôle très important car des combinaisons de l'oxyde de fer avec la silice ou d'autre élément de l'argile sont toujours possibles, qui modifient la coloration.

Il ne faut pas perdre de vue que la totalité du fer ne peut se trouver à l'état ferrique et que les composés ferreux peuvent aussi marquer leur présence.

Les impuretés et les autres constituants de l'argile peuvent aussi avoir leur importance. L'alumine notamment, la chaux, la magnésie, les alcalis ne sont pas sans action, dans certaines conditions du moins.

Les fondants très finement divisés atténuent la couleur.

I.12.2 Bleus et noirs

Ces teintes, dans les produits calcinés, sont dues à la présence de sulfure de fer, de composés ferreux ou de oxyde de fer magnétique, chacun de ces corps pouvant se combiner à la silice à la température du rouge pour former une sorte de scorie qui se localise dans les pores de la masse et lui donne sa coloration.

Les colorations bleues et noires peuvent aussi être provoquées par des matières carbonées provenant des produits de la combustion [15].

I.12.3 Coloration blanche

Ce terme a une acception assez générale et comprend les colorations du blanc au jaune-clair.

On obtient des produits blancs en employant des argiles très pures dépourvues d'impuretés colorées.

Comme elles sont en général assez rares, les pièces blanches sont le plus souvent faites d'une argile ordinaire recouverte d'un produit qui lui donne un aspect blanc et qu'on nomme l'engobe ou la couverte. La matière non émaillée a reçu le nom de biscuit.

On les obtient aussi par emploi dans la pâte de carbonate de chaux corrigeant l'oxyde de fer apporté éventuellement par une terre ferrugineuse.

La coloration légèrement jaune-pâle que l'on obtient souvent, peut être corrigée par emploi d'un peu d'oxyde de cobalt ajouté soit à la pièce elle-même, soit à l'engobe ; soit à un enduit transparent dont les pièces sont parfois recouvertes [15].

I.12.4 Coloration jaune

Elle est due soit à la présence d'une petite quantité d'oxyde de fer comme dans les argiles, à celle d'oxyde de fer finement divisé en présence d'alumine, à celle aussi d'une grande quantité de carbonate calcique dans les argiles en contact avec du coke ou des matières organiques.

La teinte chamois est souvent due au fait que les composés du fer sont partiellement réduits en présence de chaux ou d'alumine et certains l'attribuent à la formation d'un composé fer-alumine [15].

I.12.5 Coloration brune

Elle est aussi due à l'oxyde de fer de l'argile, les conditions de chauffe étant telles que les composés du fer n'atteignent pas leur pleine coloration rouge, la couleur ne se développant ainsi que partiellement. Ceci peut être dû à la présence de chaux, d'alumine ou d'autres matières. Le manganèse parfois n'est pas étranger à la coloration [15].

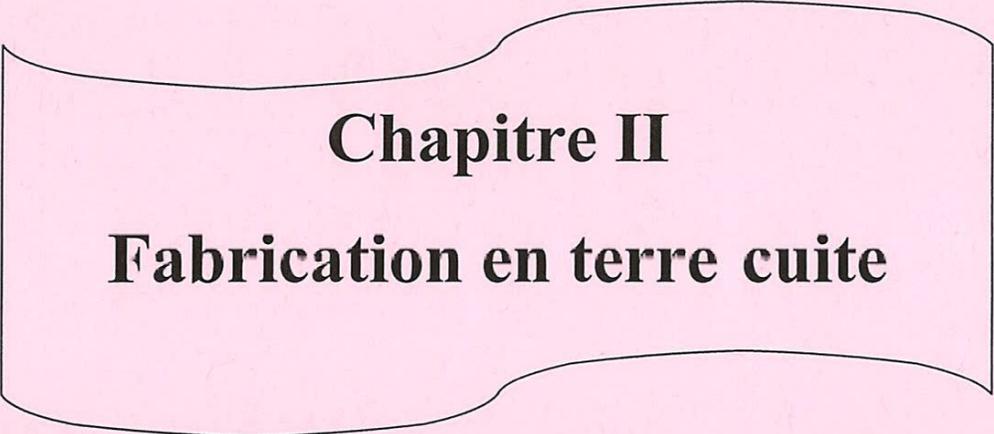
I.12.6 Coloration artificielles

La coloration jaune peut être produite par l'oxyde ferrique, les oxydes de titane et d'uranium et le chromate de plomb et les colorations rouges, par l'oxyde de fer qui donne le rouge, par une fritte finement pulvérisée de bichromate de potassium et d'alumine qui donne le rose [15].

I.13 Conclusion

L'argile est essentiellement constituée de silicates d'alumine hydratés, dans lesquels sont imbriqués des éléments minéraux qui lui donnent sa coloration.

Les argiles, véritable cadeau de la nature ont une importance économique considérable puisqu'elles sont employées dans de nombreuses industries : céramique, porcelaine, briques et tuiles, ciments, réfractaires et produits émaillés, fonderie, chimie, affinage, boues de forage, colorants, adsorption de matières organiques, pigments.



Chapitre II
Fabrication en terre cuite

II.1 Introduction

La terre cuite est un matériau céramique obtenu par la cuisson d'argile (ou glaise). Elle est utilisée pour réaliser des poteries, des sculptures et pour la fabrication de matériaux de construction, briques, tuiles ou carreaux.

Aujourd'hui, la locution « terre cuite » désigne généralement une céramique poreuse, par opposition au grès ou à la porcelaine qui sont des terres cuites vitrifiées à la porosité négligeable. L'expression « terre cuite » désigne également par métonymie une statuette réalisée dans cette matière brute sans autre apprêt.

La résistance de la terre cuite est fonction de sa composition et de sa température de cuisson [4].

II.2 Définition

Naturelle, authentique, la terre cuite, offre une mosaïque de créations qui répond aussi bien aux besoins les plus classiques qu'aux plus originaux. En fabrication standard ou artisanale, la terre cuite, matériau de construction universel, permet de recréer des effets, des patines d'antan.

Elle a su aussi devenir un matériau tendance. La terre cuite, matériau à la fois traditionnel et moderne, propose une large gamme de produits pour la rénovation ou pour le neuf, des créations stylisées et contemporaines.

La terre cuite se compose essentiellement d'argile, elle provient de la cuisson de l'argile extraite en carrières. Les différentes nuances de couleur l'origine jaune, rouge, noire ou verte peuvent donner naissance à un nuancé de couleurs extrêmement de la terre cuite s'obtiennent par des mélanges d'argiles variés. Par ailleurs certaines couleurs à variés. Chaque procédé de fabrication de terre cuite doit donc s'adapter aux caractéristiques de la matière première extraite de la carrière. Savoir-faire et terre sont intimement liés. Savoir-faire traditionnel, l'artisan, briquetier, tuilier, céramiste ou potier, façonne la terre devenue plastique car pétrie d'eau. Boue, glaise, limon ou terre, autant de noms communs pour cette matière malléable qu'est l'argile Le terme d'argile correspond à la fois à une famille minérale et à une roche quand celle-ci est principalement composée de minéraux argileux [25].

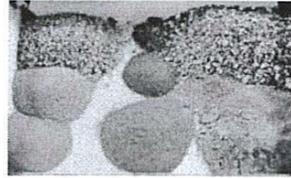


Figure II.1 : Etape précédant l'élaboration d'une terre Cuite.

II.3 Etapes de la fabrication des tuiles

La fabrication comprend plusieurs stades : la préparation, le façonnage, le séchage, la cuisson. Les gisements utilisés pour la fabrication de produits en terre cuite se trouvent pratiquement à tous les étages géologiques. Les carrières sont à ciel ouvert, la plupart des tuileries et des briqueteries travaillent à proximité des gisements

II.3.1 L'extraction

Elle peut se faire de différentes façons, à la pelle mécanique, à l'excavateur, à l'aide de buteurs, pelles, chargeuses etc. Elle est réalisée couche par couche selon des règles légales régies, par le code des mines, soucieux de préserver l'environnement. En fin de vie, les terrains sont réaménagés. Après extraction, la terre est acheminée vers un lieu de « stockage » afin de la faire sécher. Cette première phase permet aux fabricants de pratiquer ainsi une première homogénéisation des différentes couches. L'homogénéisation sera achevée et complétée lors de l'étape de la préparation. D'autres éléments peuvent aussi être ajoutés à la matière première pour améliorer son comportement à la fabrication ou ses performances : par exemple, du sable ou d'autres adjuvants.

II.3.2 La préparation de la pâte

La préparation de la pâte a pour but d'éliminer les impuretés, d'émietter les argiles, de former des mélanges et d'homogénéiser et d'humidifier l'ensemble. On parle de « concassage », de « dosage » « de broyage » « de malaxage ». Pour toutes ces opérations, on utilise un appareillage

spécifique (brise mottes cylindrique, trémie, distributeur doseur, broyeur à meule ou à cylindre, malaxeur à tamis, mouilleur mélangeur). Au cours de la préparation, la pâte est rendue plastique par ajout d'eau. La plasticité d'une argile varie selon sa nature minéralogique, sa finesse et sa composition en éléments inertes (sable par exemple). La méthode appelée « l'enfossage ou encore pourrissage » améliore la plasticité du produit, l'argile ayant déjà subi une première préparation est stocké pendant plusieurs semaines dans des fosses. La préparation de la pâte est une étape primordiale qui conditionne différents aspects finaux du produit

II.3.3 Le façonnage

Le fabricant peut alors procéder au façonnage des produits. Le façonnage répond à deux objectifs, le premier c'est de donner à la pâte une cohésion suffisante, le second c'est d'attribuer la forme souhaitée.

En terre cuite, deux procédés de façonnage cohabitent : « l'étirage » (les appareils se nomment étireuses, mouleuse ou extrudeuses dont le débit varie de 3 à 40 t/h environ) et « le pressage » en pâte molle ou pâte dure à l'aide de moules en plâtre, en bois, en acier ou en caoutchouc. Les tuiles canal et les tuiles plates sont souvent façonnées par étirage. Il est intéressant de noter que les tuiles plates peuvent être aussi pressées.

Le façonnage par extrusion est le mode le plus répandu pour les carreaux de Terre Cuite. La pâte est soit simplement tronçonnée par un coupeur à fil, soit découpées suivant des formes spéciales (hexagone, trèfle, écaille etc.). La filière placée à l'extrémité de l'appareil donne au produit sa forme finale.

II.3.4 Le séchage

Les industries de la céramique traditionnelle comme les unités de fabrications modernes adoptent les mêmes techniques d'élaboration. Le séchage des produits façonnés avant frittage a pour but d'éliminer l'eau d'humidité qui a été rajoutée au cours de façonnage, avant de procéder à la cuisson. C'est une phase délicate et importante de la fabrication qui doit être minutieusement contrôlée pour éviter des fissurations, des retraits différentiels importants et des distorsions des produits céramiques. Le séchage est réalisé progressivement en contrôlant deux paramètres: la température et l'humidité. On distingue deux phases:

- le départ de l'eau colloïdale qui sépare les différentes micelles d'argile et intervient dans la plasticité. Le volume de retrait correspond au volume d'eau retiré;
- le départ de l'eau d'interposition qui se trouve libre dans les pores de l'argile. Le départ de l'eau est totalement compensé par la création de porosité (sans retrait).

II.3.5 La cuisson

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

a) Phénomènes physico-chimiques qui peuvent se produire lors de la cuisson

Plusieurs phénomènes physiques et chimiques peuvent se produire lors de la cuisson, ce qui provoque des modifications de porosité, de dimensions et de propriétés mécaniques du produit final. Jusqu'à 450 °C, il se produit un dégagement de l'eau résiduelle de séchage et de l'eau d'hydratation. La matière organique est détruite suite à l'oxydation par l'air circulant dans les pores. Si le milieu n'est pas oxydant, des résidus carbonés se décomposent et du carbone persiste à l'intérieur de la céramique. De 400 à 680 °C, des minéraux argileux sont détruits (kaolinite à 550 °C) avec le départ d'eau de structure (dehydroxylation) [26]. Des composés très fins et désordonnés (metakaolin) se forment. Un début de retrait de cuisson est observé à ce stade. A 573 °C le quartz change de forme cristallographique. De 750 à 850 °C, le carbonate CaCO_3 se décompose en chaux vive (CaO) avec dégagement de CO_2 [26].

Au-delà de 850 °C, deux phénomènes sont observés selon la minéralogie des argiles. Les argiles non-calcaires développent un frittage liquide donnant aux produits finaux une structure liée par une phase vitreuse [27]. En revanche, les argiles calcaires ne développent pratiquement pas de phase vitreuse et la cristallisation des produits céramique s'effectue en phase solide [27].

Le CaO disparaît et de nouvelles phases commencent à se former comme les silicates de calcium et les aluminosilicates de calcium (anorthite : $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$; gehlenite: $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$).

b) Evolution de la Texture des produits céramiques au cours de cuisson

L'action de la chaleur sur la matière argileuse provoque les différents phénomènes décrits précédemment, et crée un retrait ou retrait à la cuisson. La consolidation sans fusion totale du matériau céramique s'accompagne souvent d'une densification (élimination des pores) et d'un

grossissement des grains (diminution du nombre de grains). D'une manière générale, la densification réduit la porosité. Si la température continue d'augmenter, la densification se poursuit. La porosité ouverte devient nulle tandis que la porosité fermée se développe avec augmentation des diamètres des alvéoles. Enfin, si la température devient trop élevée, il y a excès de phase vitreuse. Le développement exagéré des alvéoles détériore le matériau, on dit qu'il y a scorification [27].

II.3.6 Contrôles et recyclage

Du stockage à la cuisson, en passant par le mélange, le façonnage et le séchage, les produits sont constamment contrôlés. Les produits refusés sont recyclés dans la mesure du possible, afin d'éviter tout gaspillage. Avant la cuisson, l'excédent du moulage par exemple retourne dans le mélange de fabrication. Après la cuisson, les produits non conformes sont réintroduits comme additif dans le mélange ou sont utilisés comme remblai. Les produits finis sont alors conditionnés et prêts à être livrés [25].

II.4 Les avantages de la terre cuite

- Une bonne inertie thermique, tant pour le confort d'hiver que pour le confort d'été et donc des besoins de chauffage plus faible
- Régulateur hygrométrique : le taux d'humidité dans la maison (cas des briques) est constant. Résultat : l'atmosphère est saine et confortable
- Limitation des ponts thermiques
- Un matériau incombustible, durable dans le temps et recyclable [28].

II.5 Les inconvénients de la terre cuite

Les objets de terre cuite :

- Nécessitent beaucoup d'énergie grise pour leur fabrication.
- Mise en œuvre délicate [28].

II.6 Brique de terre cuite

Une brique est un élément de construction généralement de forme parallélépipédique rectangle constitué de terre argileuse crue, séchée au soleil on parle de brique crue ou cuite au four, employée principalement dans la construction de murs. L'argile est souvent dégraissée par du sable [4].

II.7 Construction en terre cuite



Figure II.2 : Four à briques du XIX^e siècle en Sologne. Tuilerie de la Bretèche.

➤ Méthode traditionnelle

Avant la mécanisation, les hommes arrachaient l'argile à l'aide de fers, à plat. Une fois l'argile extraite, un travail de broyage permettait d'affiner la matière première. Ensuite, l'ajout d'eau en grande quantité permettait d'obtenir une pâte homogène, à la plasticité voulue. Le pétrissage, autrefois au pied, et désormais avec de puissantes machines, permettait d'éliminer les derniers cailloux. Cette préparation de l'argile se terminait par une phase de pourrissage, durant laquelle la terre glaise se « reposait » [29]. Son façonnage se faisait dans un moule en bois dont les bords et le fond étaient ensablés afin que la glaise n'y adhère pas. Un morceau de glaise était placé dans le moule, puis aplani. La surface était égalisée et arasée de son excédent à l'aide d'un archet ou d'une plane humide. Le tout était démoulé et déposé sur le sol, ou sur une grille pour une première phase de séchage. Une fois durcies, les briques étaient empilées en quinconce pour faciliter la circulation de l'air entre elles. Dans la région toulousaine, ces empilements de briques étaient nommés « châteaux » et étaient stockés sous un auvent entourant le four de la briqueterie. La cuisson s'opérait quand le nombre de briques sèches était suffisant. Elles étaient alors empilées selon le même principe à l'intérieur du four, par une étroite ouverture verticale aménagée dans un des côtés. Des rainures horizontales recevaient une planche servant de support à l'ouvrier chargé de placer les briques jusqu'en haut du four. L'ouverture était ensuite obturée avec de la terre. Le feu était allumé dans le foyer situé en sous-sol du four, et entretenu pendant plusieurs jours, avec une surveillance constante.

Ce travail manuel a donné aux briques leur forme caractéristique. Aujourd'hui, ce travail est industrialisé et permet d'obtenir différents tailles de briques, parfaitement identiques. Un système de découpage automatique façonne des briques à partir de boudins de glaise. La brique subit ensuite une série de séchages qui éviteront les fissures et les éclats lors de la cuisson [29].

➤ **Méthode moderne**

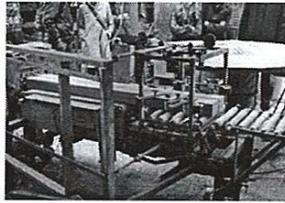


Figure II.3 : Extrusion des briques à travers une filière [29].

La fabrication d'une brique moderne passe par les grandes étapes suivantes :

- Extraction de l'argile rouge et de l'argile verte. On mélange environ 10 % d'argile verte avec 90 % d'argile rouge. La terre argileuse, généralement extraite à proximité de la briqueterie, ne peut pas inclure trop de sable.
- Broyage de la terre pour obtenir la granulométrie désirée
- Humidification et mélange des divers types de terres ; ajout d'une faible quantité de lignosulfite, résidu de l'industrie du papier, dérivé de la lignine contenue dans les arbres ; le lignosulfite facilite l'extrusion.
- Extrusion au travers de filières correspondant à une forme donnée de brique
- Coupage
- Séchage dans un séchoir traditionnel ou moderne type ANJOU (durée entre vingt et cinquante heures)
- Cuisson à environ 900 °C, pendant trente heures
- Éventuellement rectification (fraisage des bords jointifs pour faciliter le montage)

➤ **Innovations et évolutions récentes**



Figure II.4 : Route Pāwesin-Riewend pavée de briques, dans le Brandebourg, Allemagne.

Après s'être trouvée en perte de vitesse sur le marché de la construction, boudée au profit du bloc de béton face auquel la brique souffrait d'une image de matériau du pauvre, la brique retrouve

depuis peu ses lettres de noblesse, grâce à des innovations récentes. Ainsi, en quinze ans, la brique est passée de 4 % à plus de 20 % du marché des constructions neuves.

La principale innovation est la brique dite « à joint mince ». Ces briques ont des dimensions très régulières (tolérance de l'ordre du mm) qui permettent de les monter très facilement. L'assemblage ne se fait plus avec du mortier, mais avec un simple joint, d'une colle spéciale.

La brique creuse peut être caractérisée par son effet de résonateur qui permet de diminuer l'influence acoustique si cette dernière est proche de la fréquence de résonance proprement dite. C'est-à-dire que le matériau vibre sous une gamme de fréquence acoustique bien définie d'où une perte d'énergie liée à ce mouvement. L'isolation acoustique est d'autant meilleure que l'on se trouve proche de la fréquence de résonance. Pour fabriquer un matériau résonateur, on construit celui-ci avec des caractéristiques géométriques particulières. On peut disposer perpendiculairement des cols à des briques pleines ou des briques ayant des cavités. Le principal intérêt de ce système est le réglage assez simple de la fréquence de résonance puisque, pour le cas des briques percées, la fréquence de résonance est directement liée au diamètre et à la profondeur des canaux. De plus, avec un ajustement correct, on peut balayer une gamme importante de fréquences pour isoler convenablement. En effet le principal problème de ces résonateurs est le spectre sonore réduit pour lequel il est destiné [30].

II.8 Conclusion

La terre cuite est un matériau céramique obtenu par la cuisson d'argile (ou glaise). Elle est utilisée pour réaliser des poteries, des sculptures et pour la fabrication de matériaux de construction, briques, tuiles ou carreaux.

Chapitre III

Techniques expérimentales et modes opératoires

III Méthode d'analyse et appareillage

III.1 Les différentes étapes de préparation des éprouvettes

Le procédé de fabrication des éprouvettes à base d'argile jaune, grise et rouge se résume dans la figure ci-dessous :

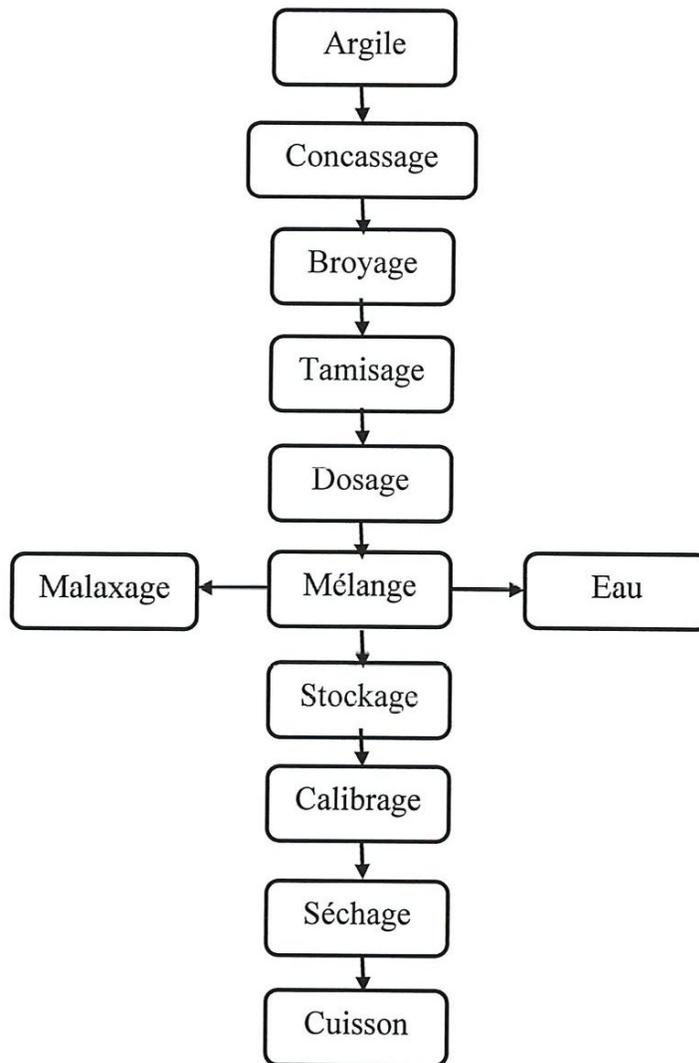


Figure III.1 : Schéma du procédé de fabrication des éprouvettes.

III.1.1 Concassage

C'est l'opération de fragmentation des matériaux en vue d'obtention de particules de calibres compris entre (25- 150 mm), on utilise un concasseur à mâchoires.

III.1.2 Broyage

C'est la deuxième opération de fragmentation, elle permet d'obtenir des grains fins de calibre (0,5 –10 mm). Les broyeurs les plus utilisés sont des broyeurs à meules.

Le but du broyage n'est pas seulement d'obtenir des petits fragments à partir de gros morceaux, mais aussi celui d'obtenir un ensemble de fragments ayant une distribution granulométrique déterminée, il est souvent nécessaire d'employer une granulométrie comprise dans des limites très étroites, ce qui est pratiquement impossible à obtenir par simple broyage. Il faut donc procéder à des tamisages successifs qui permettent des classifications.

Les deux opérations de broyage et de tamisage sont du reste étroitement liées. Pour obtenir un broyage efficace il est nécessaire que chaque morceau ou fragment soit concassé par chocs.

III.1.3 Tamisage

Le tamisage est une opération destinée à séparer les fractions granulométriques différentes et déterminées. Les résultats obtenus constituent les données d'une analyse granulométrique ; cette analyse est pratiquement exécutées au moyen de tamis disposés l'un sur l'autre de façon que l'on passe de haut en bas par des ouvertures de mailles toujours décroissantes.

III.1.4 Dosage

Le dosage se fait suivant des formules déterminées à l'avance en fonction des qualités à obtenir. Le dosage se fait soit en volume ou mieux en poids c'est le cas le plus répandu on utilise souvent plusieurs matières premières, les qualités de l'une corrige les défauts de l'autre inversement.

III.1.5 Réalisation du mélange

C'est une opération qui consiste à mélanger les matières dosées à des proportions bien étudiées avec de l'eau afin d'obtenir une pâte conforme. L'opération s'effectue en utilisant un mélangeur durant 40 min pour assurer une parfaite homogénéité.

III.1.6 Malaxage

Le rôle du malaxage est d'améliorer l'homogénéité de l'humidité et des différents constituants de la pâte. Il peut aussi chasser une grande partie de l'air incorporé dans la pâte et développer considérablement la plasticité qui est considérée comme caractéristique essentielle pour le façonnage.

III.1.7 Calibrage

Le procédé consiste à mettre en rotation un moule creux dans lequel on lance une balle de pâte. Un calibre donnera la forme intérieure de la pièce.

III.1.8 Séchage

Le séchage est l'élimination d'eau hygroscopique par évaporation ; Selon les dimensions de produit et à une température comprise entre (100- 120) °C, le temps de séchage varie de 24 h à 36 h. Le but du séchage est généralement la préparation des produits façonnés à la cuisson par L'homogénéisation de retrait qu'elle provoque et par conséquence lui donner la cohésion et la solidification nécessaire à la cuisson.

III.1.9 Cuisson

La cuisson est l'opération finale et décisive de la fabrication des produits a base d'argile ; elle modifiera les propriétés physiques et chimiques de la pâte et les produits moulés conserveront par la suite leur forme, même en présence d'eau.

III.2 Analyse Chimique et Structurale

L'analyse chimique a pour but de déterminer les pourcentages de tous les oxydes qui se trouvent dans les matières premières et dans les mélanges.

Exemple : SiO_2 ; Al_2O_3 ; Fe_2O_3 ; CaO ; MgO ; K_2O ; Na_2Oetc.

Il existe plusieurs méthodes permettant de réaliser l'analyse chimique d'une substance siliceuse, les plus importantes sont les suivantes :

- Analyse par spectrométrie à fluorescence X
- Méthode volumétrique
- Méthode gravimétrique

Dans le présent travail on a utilisé la spectrométrie à fluorescence X

III.2 Caractérisation par spectroscopie infra rouge

III.2.1 Analyse Infrarouge (ATR)

La spectroscopie infrarouge est connue comme une méthode d'analyse efficace dans l'étude composition chimique des revêtements organiques [31-34].



Figure III.2 : spectroscopie infra rouge.

III.2.2 Principe

Cette méthode permet de connaître les longueurs d'onde (ou les fréquences) infrarouge absorbés par l'échantillon et de mesurer quantitativement cette absorption. Se basant sur ce principe, il existe différentes techniques, mais la méthode ATR (Réflexion Totale Atténuée) est la plus adaptée pour analyser la couche superficielle de quelques microns du revêtement qui a directement subi le vieillissement photochimique [32].

Dans cette méthode, l'échantillon est placé en contact intime avec un cristal absorbant IR dont l'indice de réfraction est supérieur à 2,5 (germanium, silicium...). L'onde incidente, quand elle atteint l'échantillon, se réfléchit totalement comme le montre la (figure III.3)

Outefois, cette onde étant légèrement absorbée à l'interface, on lui donne le nom de réflexion totale atténuée.

Le spectrophotomètre mesure l'intensité de cette radiation en fonction de la longueur d'onde pour obtenir le spectre d'absorption caractéristique de l'échantillon. Il existe plusieurs facteurs influençant l'intensité d'absorption : le nombre de réflexion, le coefficient d'absorbance de l'échantillon à longueur d'onde donnée, la surface de contact et son efficacité (il doit être « intime ») et la profondeur de pénétration du faisceau incident.

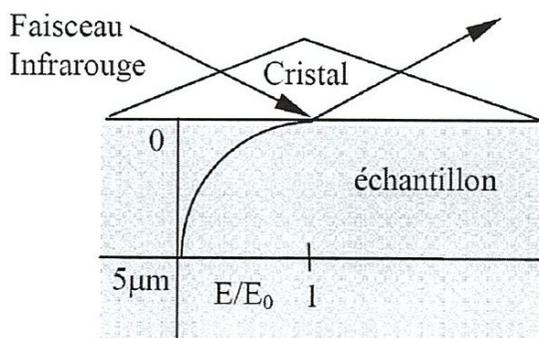


Figure III.3 : Schéma illustrant la réflexion interne à l'interface cristal/échantillon [32].

La profondeur de pénétration (d_p) est donnée par la relation suivante [35] :

$$d_p = \frac{\frac{\lambda}{n_1}}{2\pi \left(\sin^2 \theta - \left(\frac{n_2}{n_1} \right)^2 \right)^{\frac{1}{2}}}$$

Avec

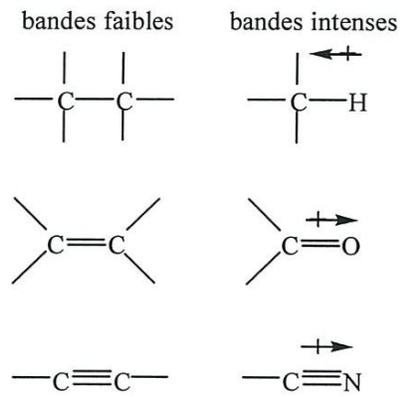
λ = longueur d'onde du faisceau incident

θ = angle incident du faisceau (45°)

n_1 = indice de réfraction du cristal

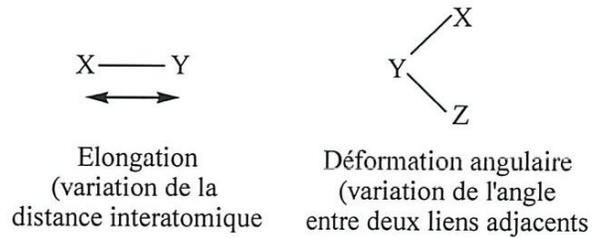
n_2 = indice de réfraction de l'échantillon à analyser.

Selon cette équation, la profondeur de pénétration n'est pas équivalente pour toutes les longueurs d'onde absorbées. Pour les constituants caractérisés par les bandes d'absorption à grande longueur d'onde (faible fréquence), l'analyse est plus profonde. En pratique, la profondeur d'analyse est de l'ordre de $3 d_p$ [35]. On estime dans le cas où $n_1 = 2,25$, $n_2 = 1,5$ et $\theta = 45^\circ$, pour le spectre de 4000 à 650 cm^{-1} , la profondeur d'analyse est de l'ordre de $0,6$ à $4,8 \text{ }\mu\text{m}$.



Modes vibrationnels

Types simples

**Figure III.4:** schéma de principe d'IR [36].

Les groupes d'atomes où au moins deux atomes sont identiques ont deux modes d'élongation et deux modes de déformation angulaire c-à-d-symétrique et asymétrique. De plus, les déformations angulaires peuvent être dans le plan ou hors du plan.

Exemple: Modes vibrationnels du groupement méthylène (CH_2) [18].

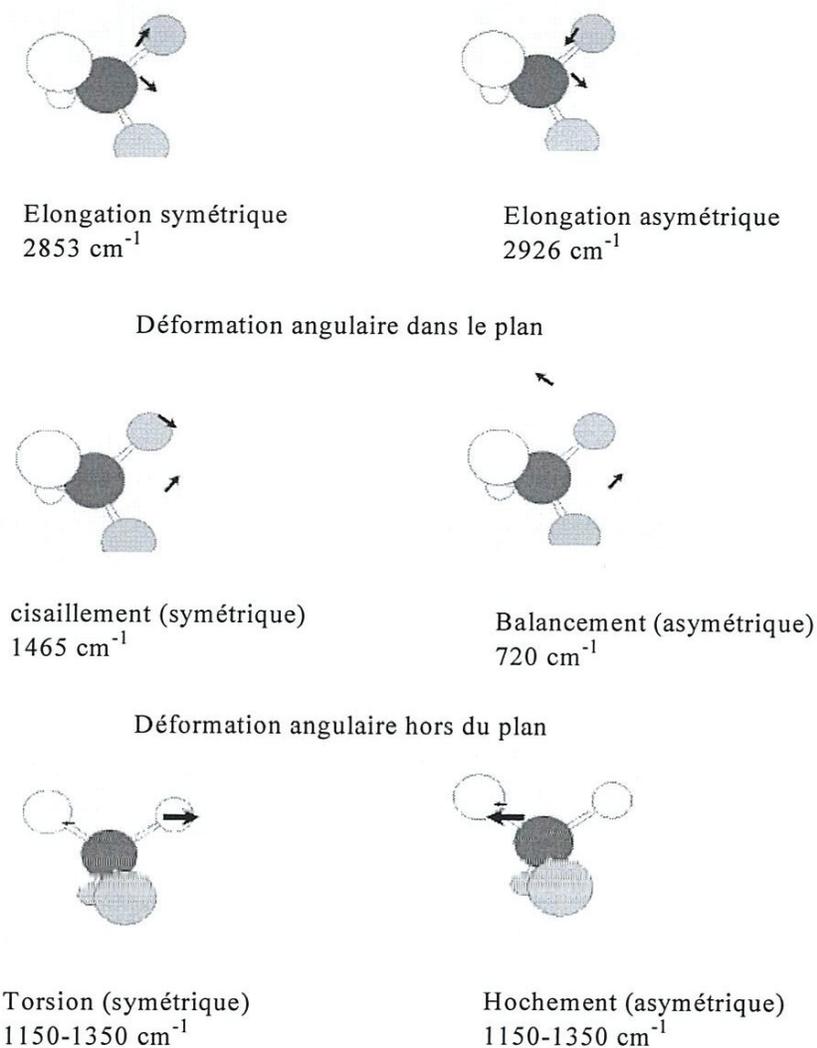


Figure III.5: Modes vibrationnels [36].

Mode opératoire

Les essais d'ITRF sont réalisés sur un spectrophotomètre à transformée de Fourier IRAffity-1S, équipé d'un dispositif ATR. Le cristal ATR est en germanium, matériau extrêmement rugueux qui a une gamme spectrale de 4000 à 500 cm^{-1} . Un balayage de 10 scans et une résolution de 4 cm^{-1} sont choisis.

III.3 Analyse physique

III.3.1 Densité vraie ou absolue

Le rapport entre la masse absolue de l'échantillon et le volume absolue (sans pores) de la matière proprement dite.

Mode opératoire

- Prendre un pycnomètre vide et on le peser.
- Mettre quelques grammes (10 g) de la poudre obtenue par le broyage, et le Tamisage de l'échantillon au tamis de (0,125 mm) et on le repese.
- Ajouter une quantité d'eau jusqu'à la moitié du flacon et la laisser bouillir pendant 15 mn pour permettre l'échappement des gaz.
- Remplir le pycnomètre d'eau jusqu'au bouchon le peser.
- En fin le vider et Le remplir d'eau et prendre la pesée une autre fois.

On peut calculer d'après la formule suivante :

$$D_v = \frac{g_1 - g_0}{(g_1 - g_0) - (g_2 - g_3)} \rho$$

Avec :

D_v: Densité vraie en (g/cm³), **ρ** : masse volumique de l'eau égale 1g/cm³.

g₀ : Poids du pycnomètre vide avec son bouchon (g).

g₁: poids du pycnomètre vide avec son bouchon + la matière (g).

g₂ poids du pycnomètre vide avec son bouchon + la matière+eau distillée (g).

g₃: poids du pycnomètre vide avec son bouchon + eau distillée (g).

III.3.2 La densité apparente

Le rapport entre la masse du produit réfractaire sec mesuré en gramme et son volume apparent qui est le volume total de la matière, des pores entre les grains et les pores à l'intérieur des grains.

Mode opératoire

- Prend un échantillon sec de masse M₀.
- Cet échantillon est placé dans un bain marie pendant 15 mn pour saturer l'échantillon c'est-à-dire remplacer l'air des pores l'eau.
- Retirer les échantillons.

- Les essuyer avec un chiffon humide et les peser à l'air.
- Fixer l'échantillon sur la balance hydrostatique normale et le peser sous l'eau.

On peut calculer d'après la formule suivante :

$$D_a = \frac{M_0}{M_h - M} \rho$$

Avec :

D_a : densité apparent (g/cm³).

M_0 : La masse de l'échantillon sec (g).

M_h : La masse de l'échantillon humide(g).

M : La masse de l'échantillon immergé dans l'eau (g).



Figure III.6 : Différents étapes de mesure la densité apparente.

III.3.3 La porosité ouverte

C'est le rapport des pores ouvert au volume apparent.

On peut calculer d'après la formule suivante :

$$P_0 = \frac{m_h - m_0}{m_h - m} 100$$

Mode opératoire

- Prend la masse des échantillons secs.
- Placer ces échantillons dans un bain marie pendant 15 mn pour saturer l'échantillon.
- Retirer les échantillons, essuyer avec un chiffon humide et les peser à l'air.
- Fixer l'échantillon sur la balance hydrostatique normale et le peser sous l'eau.

III.3.4 la porosité totale

C'est le rapport du volume total des pores fermés et des ouvert (proportion totale des vides) par rapport à la qualité des particules solides qui la compose.

On peut calculer d'après la formule suivante :

$$P_T = \left[1 - \frac{D_{app}}{D_v} \right] 100$$

III.3.5 La porosité fermée

C'est le rapport des pores fermés au volume apparent.

On peut calculer d'après la formule suivante :

$$P_F = P_T - P_o$$

III.3.6 Absorption d'eau

L'absorption d'eau représente le poids d'eau qu'un échantillon peut absorber à saturation. Il est rapporté à cent parties en poids du matériau sec il est calculée par la formule :

$$A = \frac{m_H - m_0}{m_0} 100$$

m_0 : masse de l'échantillon sec (g)

m_H : masse de l'échantillon humide (g)

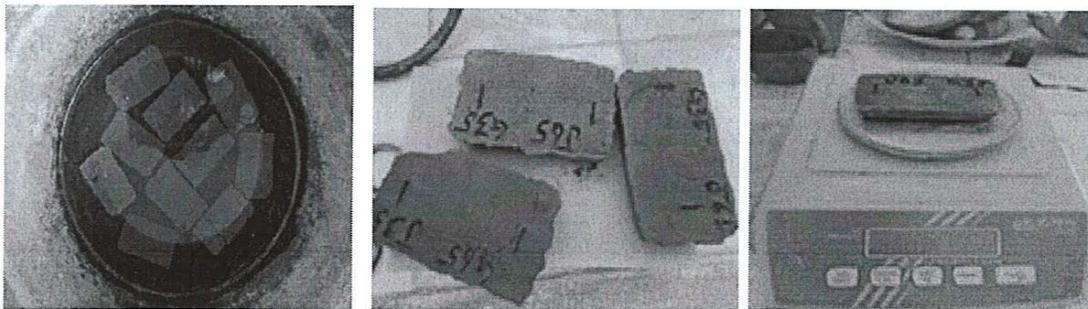


Figure III.7 : Les différentes étapes de mesure de l'absorption.

III.3.7 Les Retraits

Le retrait est une caractéristique des matériaux céramiques qui se traduit au cours de chauffage par un rétrécissement des dimensions du produit. Ce phénomène dépend de la nature des argiles, de l'humidité initiale, du régime du séchage, de la quantité et de la nature du dégraissant.

III.3.7.1 Retrait au séchage

Avec du plâtre, on moule des éprouvettes de dimensions bien définies, après séchage, on met à l'intérieure la pâte humide déjà préparée ; ensuite on trace sur la pâte deux repères d'une distance X, on met l'éprouvette contenant l'échantillon repéré dans une étuve de 60°C pendant 4 heures.

Après refroidissement on mesure la variation de la distance entre les deux points repérés précédemment « retrait au séchage », donné par la formule suivante :

$$R_s = \frac{(L_0 - L_1)}{L_0} 100$$

R_s : retrait au séchage

L_0 : la distance entre les deux points de repère avant séchage

L_1 : la distance entre les deux points de repère après séchage

Mode Opératoire

A l'aide, d'un pied à coulisse, on marque une empreinte sur la surface de l'éprouvette cette empreinte est de (60 mm). On mesure cette empreinte après séchage pour les calculs

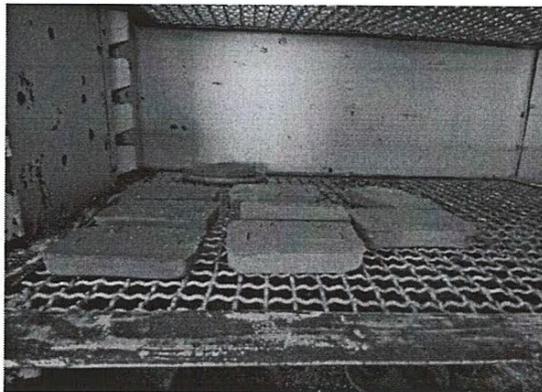


Figure III.8 : aspect des éprouvettes dans l'étuve.

III.3.7.2 Retrait à la cuisson

$$R_c = \frac{(L_1 - L_2)}{L_1} 100$$

R_c : retrait à la cuisson

L_1 : la distance entre les deux points de repère avant cuisson

L_2 : la distance entre les deux points de repère après cuisson

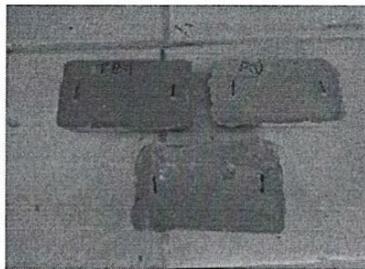


Figure III.9: Aspect des éprouvettes après cuisson.

III.3.7.3 Retrait total

Le retrait total est déterminé par la formule suivante :

$$R_T = R_S + R_C$$

R_T : retrait total

R_S : retrait au séchage

R_C : retrait à la cuisson

III.4. Analyse thermique

III.4.1 Chocs thermiques

On taille dans les éprouvettes des cubes ayant 30 mm d'arête on porte les cubes dans un four chauffé à une température fixe et au bout d'un temps déterminé, variable suivant les laboratoires, de 15 à 60 min , on sort les cubes pour les refroidir, ce refroidissement s'exécute dans l'eau courante, pour éviter qu'elle ne se réchauffe.

On répète l'opération jusqu'à destruction de l'échantillon et en notant, avant chaque enfournement, l'état de l'éprouvette. Un échauffement et un refroidissement constituent un cycle appelé également trempe.

III.5 Analyse mécanique

III.5.1 Essai de compression : "Résistance à l'écrasement"

La résistance à l'écrasement à température ambiante est le quotient de la charge maximale F supportée par l'éprouvette au cours de l'essai, par la section initiale S_0 de cette éprouvette

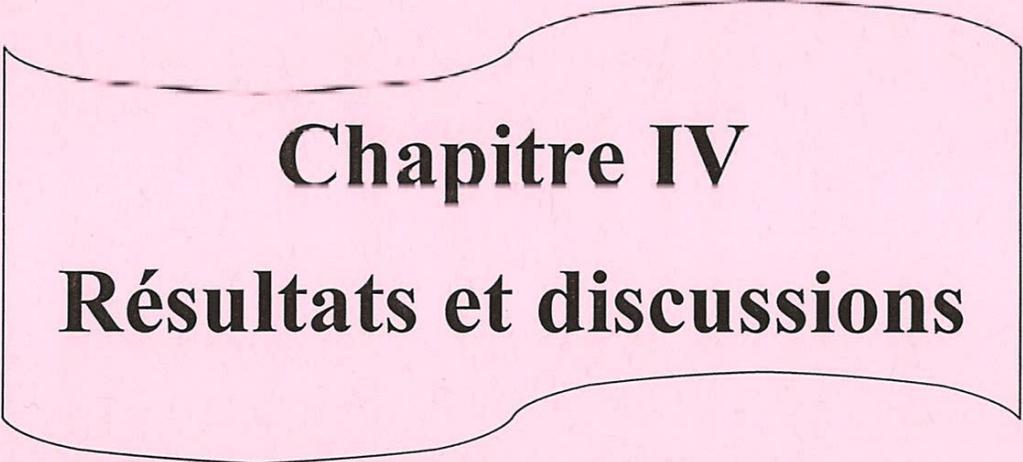
$$R_c = \frac{F}{S_0}$$

Elle s'exprime généralement en kilogramme-force par centimètre carré Kgf/cm^2

Pour calculer l'air des surfaces d'appui, on exerce la compression à une vitesse connue sur l'éprouvette d'essai, on lit la pression exercée sur le manomètre de la presse hydraulique

Mode opératoire

On taille dans les éprouvette des cubes de 30 mm de côté, on mesure les surfaces sur les quelles seront exercées les pressions à l'aide d'un pied à coulisse.



Chapitre IV
Résultats et discussions

IV.1 Matières premières utilisées

Notre étude porte sur la détermination de la composition chimique ainsi que les propriétés physiques thermique et mécaniques des produits de cuisson de quelques échantillons argileux de la région de Guelma en comparaison a une argile de l'importation utilisée au niveau de l'ETER de Guelma. Ces matériaux argileux peuvent être utilisés pour la production des produits de terre cuite.

IV.1.1 Argile jaune (à titre comparative)

Elle représente une argile plastique et compacte altérée, à l'aspect extérieur, elle est une argile friable à aspect schisteux à cause d'une fissuration intense de couleur gris-jaune. Suivant les fissures on observe les accumulations âcres, brun rouille et rouge jaunâtre d'oxyde et d'hydroxyde de fer [37].

IV.1.2 Argile grise

C'est une argile friable, parfois gris-bleuâtre. A l'état humide, elle a des couleurs foncées avec une teinte verdâtre.

La composition minéralogique de cette argile est la suivante :

- minéraux principaux : (18%) Kaolinite et (7%) montmorillonite.
- minéraux secondaires : illite, hydroxydes de fer (géothite, hydroéthite).
- Les minéraux accessoires sont représentés par le quartz, la sidérite, la calcite, la dolomite, les feldspaths, la pyrite (marcasite)

IV.1.3 Argile Rouge

L'argile rouge est principalement composée de silicates d'alumine hydratés, elle tire ses propriétés et sa couleur des nombreux minéraux qui complètent sa composition parmi eux on peut citer l'aluminium, la silice, le magnésium, le calcium, le fer, le phosphore, le sodium, le potassium, le cuivre, le zinc, le sélénium, le cobalt, et le manganèse.

Remarque

Dans toute la partie discussion nous considérons les abréviations suivantes :

A_{rouge} : Argile de l'importation (ETER/Guelma)

AG : Argile grise utilisé à l'ETER de Guelma

B : Argile de la briqueterie de Bendjarah

C : Argile de la région de Bendjarah

D : Argile de la région de hammam N'Bail

IV.2 Analyse chimique des matières premières

A-Composition des matières premières

Tableau IV.1 : Analyse chimique de les argiles A,B,C,D.

Composition%	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	Na ₂ O	MgO	Fe ₂ O ₃	SO ₃
AG	55,77	15,47	6,78	2,45	0,95	1,96	6,47	1,22
B	59,91	21,68	1,31	2,05	0,13	1,19	5,16	0,53
C	66,00	17,85	1,74	1,12	0,23	1,06	6,08	0,21
D	37,33	11,95	23,91	1,39	0,47	1,52	4,97	0,45
AJ	31,23	9,39	30,48	0,58	0,13	1,10	3,51	0,15
AR	58,9	18,6	1,48	2,48	1,08	1,55	7,89	0,07

Interprétation

Les compositions chimiques d'une argile ont une influence importante sur le comportement au séchage et à la cuisson des produits finis.

Il se dégage du tableau ci-dessus la nature essentiellement silico-alumineuse des argiles avec des teneurs modérées en oxydes de fer. A noter toutefois des différences moyennement importantes entre différentes argiles étudiées cette année et ceux de l'argile jaune [37] notamment pour la silice, l'alumine.

Les oxydes formant chaque matière sont exprimés en pourcentage massique. Une analyse détaillée des résultats basée sur la comparaison des teneurs en différents oxydes montre que :

- L'alumine (Al₂O₃) est liée à la plasticité, et les teneurs en cet oxyde signalées dans nos échantillons de l'argile B, C, D sont comprises entre les limites admissibles (tableau IV.I) et sont comparable à l'argile de l'importation et meilleur par rapport à l'argile jaune issus d'une de nos études ultérieurs [37] .
- Les teneurs en Silice (SiO₂) dans les trois types d'argile sont classées dans les normes (tableau IV.I). Cet oxyde est donc en teneur suffisante pour jouer le rôle d'un dégraissant [38].

- Dans l'argile rouge AR et l'argile grise AG, la teneur en oxyde de Fer (Fe_2O_3) est supérieure à 5%, cela permet de les considérer comme étant des argiles à grande teneur en oxyde colorant. Par contre, l'argile jaune AJ et l'argile D de la région de hammam N'Bail qui ont respectivement 3,51 % et 4,97% en Fe_2O_3 sont considérée comme des argiles à teneur moyenne.
- La teneur en chaux (CaO) est relativement faible pour les argiles, AR, AG, B, C, D (presque la même valeur pour l'argile B, C et AR de l'importation). Cette teneur n'a pas un effet indésirable, contrairement à l'argile jaune (AJ) qui contient plus de 30 % une valeur supérieure aux normes ce qui va augmenter le retrait à la cuisson ainsi que la porosité et diminue la solidité des produits cuits, chose confirmée par les analyses physiques faites sur ces argiles.
- Les teneurs en Magnésie (MgO) sont acceptables
- Les alcalis montre des teneurs variant entre 1,12 et 2,48 % pour le K_2O et 0,13 et 1,08 pour le Na_2O . ces teneurs sont comprises dans les limites admissibles que doivent présenter une argile destinée à l'industrie céramique à l'exception de l'argile jaune qui représente un total de 0,71 % ($\text{K}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O}$) qui n'est pas dans les normes [39]

L'analyse détaillée des résultats basée sur la comparaison des teneurs en différents oxydes montre que les argiles B, C, D de notre région sont très proches en terme de composition chimique à l'argile de l'importation

Les analyses chimiques montrent aussi qu'une argile est composée de plusieurs oxydes minéraux (SiO_2 , Al_2O_3 , CaO, MgO, Na_2O , K_2O ,...) de l'eau, des sels solubles.

Pour les pâtes qui sont un mélange d'argile grise et différentes argiles y compris l'argile de l'importation on retrouve les mêmes variations.

Tableau IV.2 : Analyse chimique de les pâtes B , C, D.

Composition%	SiO_2	Al_2O_3	CaO	K_2O	Na_2O	MgO	Fe_2O_3	SO_3
Pâte B	60,06	19,05	3,01	2,10	0,42	1,35	5,23	0,85
Pâte C	58,08	18,41	3,62	1,74	0,51	1,46	6,64	0,61
Pâte D	43,17	12,74	18,65	1,67	0,70	1,72	5,39	0,51

Tableau IV.3 : Composition chimique d'une argile utilisée pour la fabrication des produits rouges [39].

Oxydes	Pourcentage (%)
SiO ₂	30-85
Al ₂ O ₃	9-25
CaO	0-25
MgO	0-5
Fe ₂ O ₃	3-9
Na ₂ O+K ₂ O	1-5
CO ₂	0-15
SO ₃	0-3

B- Caractérisation par spectroscopie Infra rouge

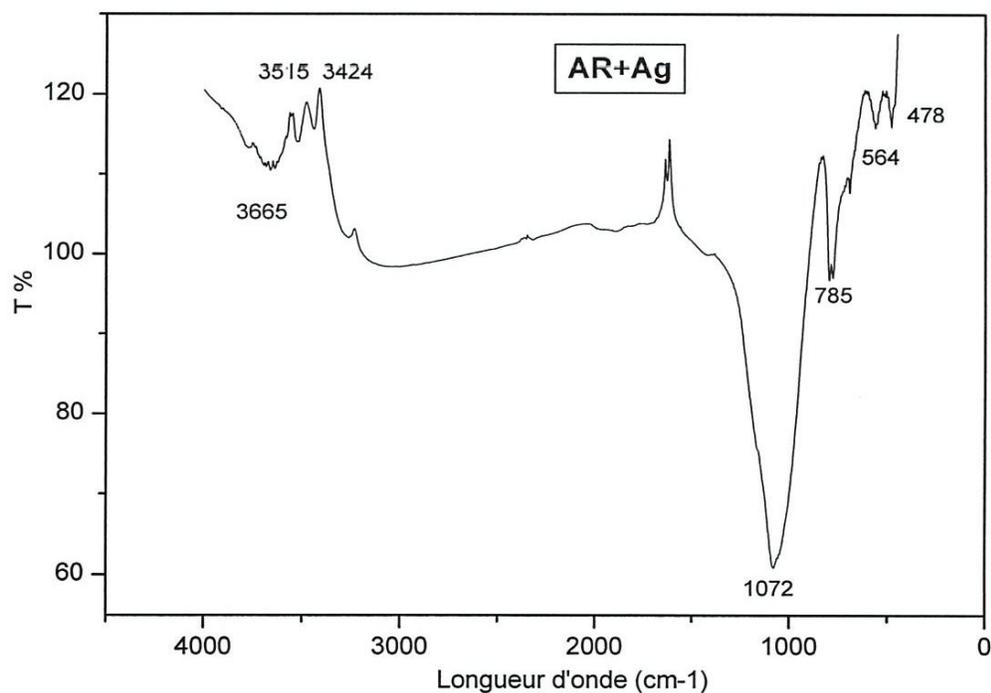


Figure IV.1 : spectre infrarouge de (AR+AG) ETER-SPA.

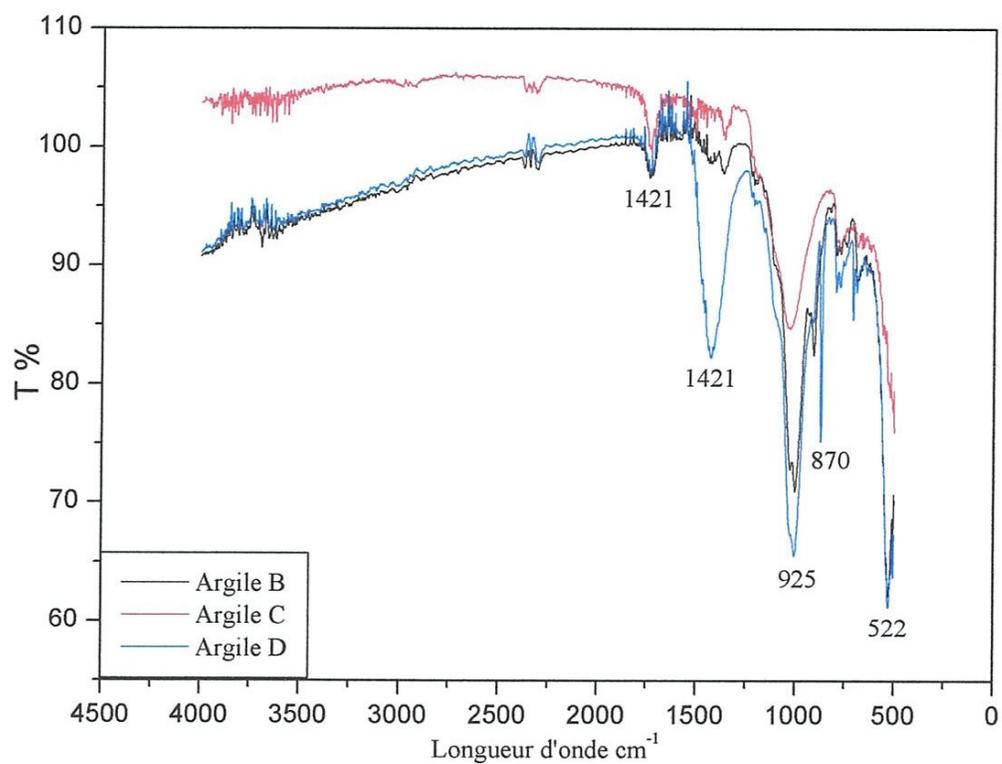


Figure IV.2: spectre infrarouge des argiles.

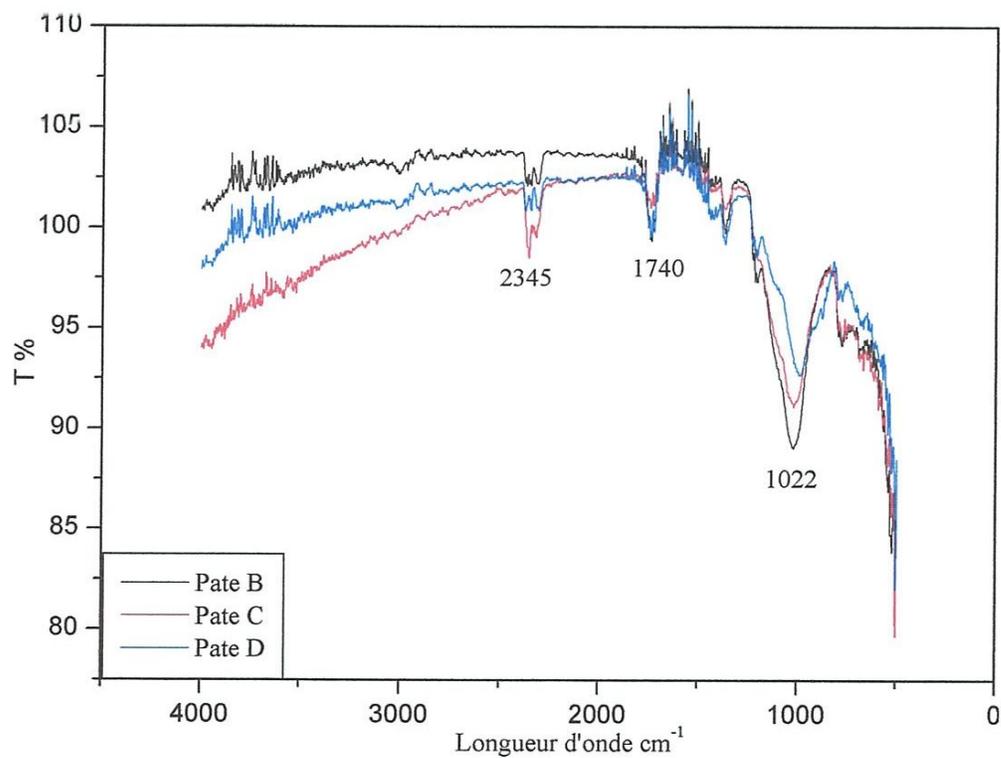


Figure IV.3 : spectre infrarouge des pâtes.

Interprétation

Les spectres obtenus que ce soit pour les trois types d'argile ou les terre cuite (pate B, pate C, pate D) ont le même aspect.

A. 3000 cm^{-1} – 1800 cm^{-1} : Cette région est associée au CO_2 atmosphérique, à la combinaison des vibrations du réseau de silice SiO_2 ainsi que celle de la molécule d'eau.

B. 1300 cm^{-1} - 400 cm^{-1} : Cette région est associée aux combinaisons de la vibration du réseau de silice et de tous les oxydes qui constituent l'argile.

Il est clair que sur l'ensemble des spectres il y a une confirmation des résultats obtenus par analyse chimique, c'est-à-dire que pour les trois échantillons le côté droit des spectres est caractérisé par un ensemble de bandes aux formes variées qui peut être considéré comme une empreinte digitale pour les argiles.

Les bandes entre 1400 cm^{-1} et 1000 cm^{-1} correspondent aux vibrations d'allongements asymétriques des pont Si-O-Si. Tandis que les bandes à 900 cm^{-1} , 1030 cm^{-1} et 1072 cm^{-1} peuvent être considéré comme des déformations aux vibrations de valence de Si-O-Si et des modes de flexion de Al-OH respectivement.

Les vibrations de déformation métal groupement hydroxyle M-OH se situent dans l'intervalle 450 cm^{-1} - 1000 cm^{-1} .

Les liaisons des métaux tels que le Mg et le Fe on peut les situés dans l'intervalle 463 cm^{-1} -535 cm^{-1} .

IV.3 Analyse physique

IV.3.1 Densité vraie ou absolue

Tableau IV.4 : Résultats des densités vraie ou absolue.

Echantillon	B	C	D	AG 35% + B 65%	AG 35% +C 65%	AG 35% +D 65%
Densité Vraie	1,66	1,48	1,56	1,42	1.19	1.11

IV.3.2 La densité apparente :

Tableau IV.5 : Résultats des densités apparentes.

Echantillon→	AG	B	C	D	AG 35% + B 65%	AG 35% +C 65%	AG 35% +D 65%
Densité apparente	1,85	1.81	1.80	1.78	1.82	1.86	1,97

IV.3.3 Porosité et absorption d'eau

Tableau IV.6 : Résultats des porosités.

Echantillon →	B	C	D	AG 35% + B 65%	AG 35% +C 65%	AG 35% +D 65%
Porosité ouverte	24,8	13,5	29.54	18.86	7.71	23.06
Porosité totale	9	21,6	14	28	55	70
La porosité fermée	33.8	35.1	43.54	46.86	62.71	93.06

Tableau IV.7 : Résultats d'absorption d'eau.

Echantillon →	AG35% +B 65%	AG 35% +C 65%	AG35% +D 65%	AJ65% +AG35%)	AR65% +AG 35%
Absorption	10.21	8.18	10.91	13,59	11,60

Interprétation

On remarque que la porosité a tendance à diminuer avec l'introduction d'un deuxième type d'argile dans notre cas l'argile grise.

L'échantillon constitués par un mélange AJ/AG et plus poreux que les mélanges AR/AG, AG/B, AG/C et AG/D cela ne peut être justifié que par la finesse de l'argile de l'importation ainsi que les argiles locales B, C, et D.

IV. 3.4 Les retraits

Tableau IV.8 : Résultats des retraits au séchage et à la cuisson.

Echantillon→	AG	B	C	D	AJ	AG35% +B 65%	AG35% +C 65%	AG35% +D 65%
Retrait à 930°C								
RS%	4	3.33	5	2	2	3.33	6.33	5.5
RC%	0.52	0.86	0.33	4.33	13,26	0.34	0.35	1.53
RT%	4.52	4.19	5.33	6.33	15,26	3.67	6.68	7.05

Le retrait entraîne une réduction de volume et comporte plusieurs stades.

- Le premier est terminé à une température inférieure à 300 °C généralement autour de 120 °C [15] à cette température toute l'eau que contenait la matière disparaît et aucune modification chimique ne se produit à ce moment.
- Le second stade est dit de décomposition (800 - 950) °C de nombreuse modification physique et chimique se produisent [15].

- Le retrait atteint son maximum à 850 °C cette température et dite stade de « plein feu » durant cette période la vitesse les réactions de décomposition se poursuivent à grande vitesse [15].
- Le retrait est plus important dans l'argile jaune (15,26 %) à comparer avec le reste des argiles dont le retrait varie entre 4,19 et 6,33. Cette différence est justifiée par la quantité importante de CaO présente dans l'argile jaune (voir composition chimique).

III.4 Analyse thermique « Choc thermique »

Tableau IV.9: Résultats des chocs thermiques.

Echantillon	B	D	C	AG 35%+ B 65%	AG 35%+ C 65%	AG 35%+D 65%	AR65% +AG 35%
1	+	+	+	+	+	+	+
2	+	+	+	+	+	+	+
3	+	+	+	+	+	+	+
4	+	+	+	+	+	+	+
5	+	+	+	+	+	+	+
6	+	+	+	+	+	+	+
7	+	+	+	+	+	+	+
8	-	+	+	+	+	+	-
9		+	-	+	+	+	
10		+		+	+	+	
11		-		+	+	+	
12				+	+	+	
13				+	+	+	
14				+	+	+	
15				-	-	-	

Interprétation

La résistance aux chocs thermique et plus au moins la même pour les échantillons à base d'argile locale (B, C, D) elle varie entre 14 et 15 cycles a comparé avec le mélange à base d'argile de l'importation qui n'a atteint que 7 cycle.

IV.5 Analyse mécanique

- **Essai de compression**

Tableau IV.10 : Résistance à la compression.

Echantillon	Rc (Kgf/cm ²)
B	47
C	44
D	45
AG+AB	59
AG+AC	52
AG+AD	51
AG+AR	110,31

Interprétation

D'après les résultats obtenus on constate que pour les argiles ont une résistance à la compression autour de 45 Kgf/cm² et pour les terres cuites autour de 50 Kgf/cm² à l'exception de du mélange AR/AG dont la résistance à l'écrasement.

Conclusion générale

Conclusion générale

De très nombreux travaux ont été réalisés ces dernières décennies sur les argiles et leurs applications, plus particulièrement dans le domaine de la fabrication de la céramique. L'essentiel de ces travaux s'articulent autour d'une question fondamentale qui vise à maîtriser les compositions des argiles et leurs traitements en vue d'optimiser la qualité des produits céramiques.

Le travail présenté dans le cadre de ce mémoire décrit les potentialités d'utilisation des gisements d'argiles Algériennes et plus précisément ceux de la région de Guelma dans l'industrie céramique. Trois argiles ont été étudiées : l'argile utilisée à la briqueterie de Bendjarah (B), une deuxième argile de la région de Bendjarah (C) et celle de la région de Hammam N'Bail (D). Dans le cadre de cette activité, nous avons procédé par une analyse chimique suivie des caractérisations physiques et thermomécaniques de ces argiles pour évaluer leurs emplois en industrie céramique, substituant ainsi l'argile de l'importation utilisée au niveau de l'ETER-SPA de Guelma par une argile locale.

Les analyses chimiques des argiles analysées montrent une teneur en élevée silice, pouvant atteindre 66 % pour l'argile C, 59,91 % pour l'argile B, 55,77 % pour l'argile grise AG de l'ETER et 58,9 % pour l'argile rouge AG de l'importation, la teneur en alumine est relativement faible 17,85 % pour l'argile C, 21,68 % pour l'argile B, 15,47 % pour l'argile grise AG de l'ETER et 18,6 % pour l'argile rouge AG de l'importation. La somme des pourcentages en alcalins et alcalino-terreux ne dépasse pas les 12% pour toutes les argiles à l'exception de l'argile AJ [37] et l'argile D dont la quantité en CaO est plus importante. Les taux en fer ne dépassent pas 7 % pour les échantillons B et C jugés les plus représentatifs.

En somme, les analyses chimiques réalisées sur les argiles de la région de Guelma que nous avons étudié, prouvent qu'elles sont grésantes.

L'examen des résultats des tests réalisés sur la formulation proposée de la terre cuite à base des trois argiles B, C et D montre que les caractéristiques physiques et thermiques sont proches à celles de la terre cuite à base d'argile rouge, en revanche les résultats mécaniques sont meilleurs pour la référence.

Notre travail ouvre de grandes perspectives sur le plan économique en utilisant les produits locaux. Nous proposons de ce fait, à L'ETER-SPA de Guelma de poursuivre les études sur d'autres types d'argiles locales et d'utiliser les deux argiles B et C aux propriétés très proches à celles de l'importation dans la préparation des articles en terre cuite.

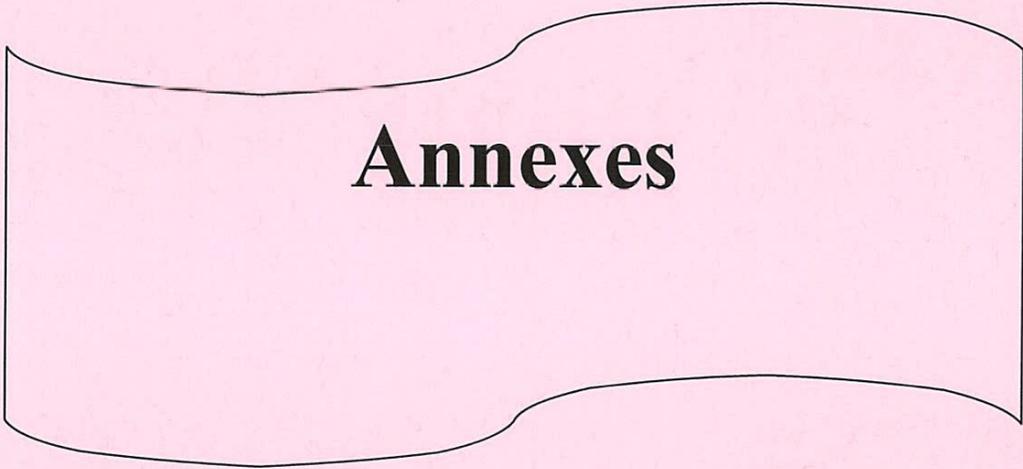
Références Bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Assifaoui A., 2002. Etude de la stabilité de barbotines à base d'argiles locales, application aux formulations céramiques industrielles. Thèse. Université Hassan II, Ain-Chock.
- [2] El Yakoubi N., 2006. Potentialités d'utilisation des argiles marocaines dans l'industrie céramique : cas des gisements de Jbel Kharrou et de Benhmed (Meseta marocaine occidentale), thèse Université Mohammed V-Agdal.
- [3] Harrat .M, « Contribution à l'amélioration du procédé de fabrication de la céramique Etude sur site : unité Maghreb céramique de Touggourt » Magistère en génie chimique.
- [4] <http://fr.wikipedia.org/wiki/alg>. Consulté le 19 avril 2015.
- [5] <http://fr.wikipedia.org/wiki/Argile>; Consulté le 19 avril 2015.
- [6] Boudchicha. M. Réda, « Etude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de kaolin-dolomite », thèse, Université El-Hadj Lakhder, BATNA, 2010.
- [7] Amirouche. L, « Etude de pouvoir de sorption du cuivre II, du zinc II et des polyphénols par les bentonites sous l'effet des irradiations micro-onde », thèse, Université de Mouloud Mammeri de Tizi-ouzou. 2011.
- [8] A.E.Bouaziz, « Contribution à l'étude géologique des argiles macstrichtiennes le long de la limite Nord Ouest du Oued Bou Sellem, Sétif, Algérie » Mémoire de Magister ; université Badji Mokhtar Annaba.
- [9] HUBERT. F, « Modélisation des diffractogrammes de minéraux argileux en assemblages complexes dans deux sols climat tempère. Implications minéralogique et pédologique » Université de Poitiers. 2008.
- [10] Gaombalet. J, « Le gonflement des argiles et ses effets sur les ouvrages souterrains de stockage », these, Ecole polytechnique. 2004.
- [11] Fagel. N, « Cours Géologie des argiles ». Département Géologie, Université de Liège. Belgique. 2005.
- [12] Technique de l'ingénieur (1996). Construction C301.
- [13] Gueddouda. M. K, « Stabilisation des argiles gonflants par ajout du sable de dune, cas région de Laghouat » Mémoire de magistère .U.S.T.Oran, soutenue Juin 2004.
- [14] Gras. R, « Physique des sols pour l'aménagement ». Edition Masson. Paris. 1988.
- [15] Livre chimie des silicates.
- [16] Z. Atterberg, « Chem colloide ». 20, 1917.

- [17] Mrad. M., « Modélisation de comportement hydromécanique des sols gonflants non saturés ». Institut national polytechnique de Lorraine. 2005.
- [18] Rotenberg. B, « Modélisation multi-échelles du comportement de l'eau et des ions dans l'argile ». Université pierre et marie curie PARIS .P .9, 2007.
- [19] Mekki. L, « Méthodologie d'étude et techniques d'identification des paramètres de comportement des sols fins soumis à des cycles de sécheresse prolongée (application aux argiles expansives de m'sila ».Université Mohamed Boudiaf M'SILA. 2006.
- [20] Gautier .M, « Interactions entre argile ammoniée et molécules organiques dans le contexte du stockage des déchets. Cas de molécules à courtes chaînes ». Université D'Orleans. 2008.
- [21] Lebre .C, « Elaboration et caractérisation de talcs synthétiques pour l'amélioration des propriétés physiques des matériaux composites industriels (Revêtements de surface, plastique, peintures, ...) incorporant du talc comme charge minéral ». Université de Toulouse III .P 23, 2007.
- [22] Charradi.k, « Contribution des argiles ferrières à l'élaboration de biocapteurs ampérométriques : Etude de l'interaction de l'hémoglobine avec des argiles et des hydroxydes doubles lamellaires ». Université de Grenoble. 2010.
- [23] Drouin. S, « Rôle des argiles dans la préservation et la fossilisation de la matière Organique pétrolière ». Université D'orleans. 2007.
- [24] Suárez. M, Garcia. E, « FTIR spectroscopic study of palygorskite: Influence of the composition of the octahedral sheet ». Applied Clay Science, 31, 2006.
- [25] <http://artisans-terrecuite.fr>; Consulté le 27 avril 2015.
- [26] Cultrone. G, Rodriguez-Navarro. C, Sebastian. E, Cazalla. O, and De la torre. M. J, « Carbonate and silicate phase reactions during ceramic firing ». European Journal of Mineralogy, 13, 2000.
- [27] El Ouahabi. M, « valorisation industrielle et artisanale des argiles du maroc ». Thèse soutenue le 7 novembre 2013.
- [28] <https://www.bouyer-leroux.com>. Consulté le 20 avril 2015.
- [29] Banessy. S, Germain. J.J , « *La brique, l'or rouge du Midi toulousain* ».
- [30] Emil.O.E ; Technologie des matériaux de construction, Tome II. 1978.
- [31] Aragon. E, « Characterisation of degradation of organic coating ».

- [32] Aragon. E, Maylis.I, Xavier Rerrin F., J.Louis Vernet, « Caractérisation du vieillissement de revêtement organiques anticorrosion » : Intérêt comparés de différents techniques expérimentales.
- [33] Irigoyen. M. , E. Aragon, F.X. Perrin et P.Bartolomé, « Caractérisations comparées du vieillissement photochimique et thermique de peinture : caractérisations mécaniques, physico-chimiques, électrochimiques et chimiques ».
- [34] Rerrin.F.X. Irigoyen. M, Aragon. E., Vernet. J.L, « Polymere Degradation and Stabityt », 72. 2001.
- [35] Perrin.F.X, M. Irigoyen, E. Aragon, J.L. Vernet, « Polymer Degradation and Stabityt », 70, 2000.
- [36] Chavanne.M, Beaudou.G.J, « chimie-organique expérimentale »p.358.
- [37] Korzet.S ; « substitution de l'importation par une argile locale au niveau de l'eter SPA de Guelma ».
- [38] Remini. B, « Journal du Laboratoire de Recherche en Hydraulique Souterraine et de Surface », 5, 2006.
- [39] EMIL. E.O, « Technologie de matériaux de construction », Tome II, 1978.



Annexes

ANNEXE I

Analyse chimique des argiles et des pates

	شركة الإسمنت لحجار السود RESULTATS ANALYSES CHIMIQUES		F01-01/1000 Page : 01 sur 01
	Date : 25/05/2009	Version N°: 05	

Matière analysée : *A. Eba (gypse)*
 Date de prélèvement :
 Lieu de prélèvement :

Date : *12/05*

Désignations	Résultats en %	Désignations	Résultats en %	Observations
CaO	<i>61.78</i>	MS	
Al ₂ O ₃	<i>15.67</i>	MA/F	
Fe ₂ O ₃	<i>0.47</i>	LSF	
SiO ₂	<i>55.77</i>	MH	
MgO	<i>1.96</i>	C ₃ S	
Na ₂ O	<i>0.95</i>	C ₂ S	
K ₂ O	<i>0.45</i>	C ₃ A	
Cl-	<i>0.033</i>	C ₄ AF	
SO ₃	<i>1.02</i>	Titre	
PAF	SSB	
R. Ins	IAC	
Total	Ph. L	
CaO libre	AW	
Humidité	E/A	

Analyste :

Chef SCE / Chef labo

RX: BRUKER

	المجمع الصناعي لإسمنت الجزائر	شركة الإسمنت لحجار السود	F01-01/1000
	RESULTATS ANALYSES CHIMIQUES		
Groupe Industriel des Ciments d'Algérie	Date : 25/05/2009	Version N° : 05	Page : 01 sur 01

Matière analysée : *Argile B*
 Date de prélèvement :
 Lieu de prélèvement :

Date : *03/05*

Désignations	Résultats en %	Désignations	Résultats en %	Observations
CaO	<i>11.31</i>	MS	
Al ₂ O ₃	<i>23.68</i>	MA/F	
Fe ₂ O ₃	<i>5.16</i>	LSF	
SiO ₂	<i>59.91</i>	MH	
MgO	<i>1.14</i>	C ₃ S	
Na ₂ O	<i>0.13</i>	C ₂ S	
K ₂ O	<i>0.05</i>	C ₃ A	
Cl-	<i>0.00</i>	C ₄ AF	
SO ₃	<i>0.53</i>	Titre	
PAF	SSB	
R. Ins	IAC	
Total	Ph. L	
CaO libre	AW	
Humidité	E/A	

Analyste :

Chef SCE / Chef labo

RX: BRUBER

 Groupe Industriel des Ciments d'Algérie	شركة الإسمنت لحجار السود		F01-01/1000
	RESULTATS ANALYSES CHIMIQUES		
	Date : 25/05/2009	Version N° : 05	Page : 01 sur 01

Matière analysée : *Argile C*
 Date de prélèvement :
 Lieu de prélèvement :

Date : ..*23/05*..

Désignations	Résultats en %	Désignations	Résultats en %	Observations
CaO	<i>1,74</i>	MS	
Al ₂ O ₃	<i>17,85</i>	MA/F	
Fe ₂ O ₃	<i>6,08</i>	LSF	
SiO ₂	<i>66,00</i>	MH	
MgO	<i>1,06</i>	C ₃ S	
Na ₂ O	<i>0,23</i>	C ₂ S	
K ₂ O	<i>1,12</i>	C ₃ A	
Cl-	<i>0,041</i>	C ₄ AF	
SO ₃	<i>0,21</i>	Titre	
PAF	SSB	
R. Ins	IAC	
Total	Ph. L	
CaO libre	AW	
Humidité	E/A	

Analyste :

Chef SCE / Chef lab

RX: BRUKER

	المجمع الصناعي لإسمنت الجزائر	شركة الإسمنت لحجار السود	F01-01/1000
	RESULTATS ANALYSES CHIMIQUES		
Groupe Industriel des Ciments d'Algérie	Date : 25/05/2009	Version N° : 05	Page : 01 sur 01

Date : ... 03/05/09

Matière analysée : *Argile D*

Date de prélèvement :

Lieu de prélèvement :

Désignations	Résultats en %	Désignations	Résultats en %	Observations
CaO <i>23,31</i>	MS	
Al ₂ O ₃ <i>11,35</i>	MA/F	
Fe ₂ O ₃ <i>4,37</i>	LSF	
SiO ₂ <i>37,33</i>	MH	
MgO <i>1,52</i>	C ₃ S	
Na ₂ O <i>0,47</i>	C ₂ S	
K ₂ O <i>1,33</i>	C ₃ A	
Cl- <i>0,012</i>	C ₄ AF	
SO ₃ <i>0,45</i>	Titre	
PAF	SSB	
R. Ins	IAC	
Total	Ph. L	
CaO libre	AW	
Humidité	E/A	

Analyste :

Chef SCE / Chef labo

RX : BRUKER

 المجمع الصناعي لإسمنت الجزائر GICA جيك GROUPE Groupe Industriel des Ciments d'Algérie	شركة الإسمنت لحجار السواد RESULTATS ANALYSES CHIMIQUES		F01-01/1000 Page : 01 sur 01
	Date : 25/05/2009	Version N° : 05	

Date : 12/05/09

Matière analysée : *Rôte B*
Date de prélèvement :
Lieu de prélèvement :

Désignations	Résultats en %	Désignations	Résultats en %	Observations
CaO	3,01	MS	
Al ₂ O ₃	19,05	MA/F	
Fe ₂ O ₃	5,23	LSF	
SiO ₂	60,06	MH	
MgO	1,35	C ₃ S	
Na ₂ O	0,42	C ₂ S	
K ₂ O	2,10	C ₃ A	
Cl-	0,0011	C ₄ AF	
SO ₃	0,85	Titre	
PAF	SSB	
R. Ins	IAC	
Total	Ph. L	
CaO libre	AW	
Humidité	E/A	

Analyste :

Chef SCE / Chef lab

RX: BRUKER

 المجمع الصناعي لإسمنت الجزائر GICA GROUPE Groupe Industriel des Ciments d'Algérie	شركة الإسمنت لحجار السود	F01- 01/1000
	RESULTATS ANALYSES CHIMIQUES	
Date : 25/05/2009	Version N°: 05	Page : 01 sur 01

Date : ... 12/05

Matière analysée : *Pâte C*
 Date de prélèvement :
 Lieu de prélèvement :

Désignations	Résultats en %	Désignations	Résultats en %	Observations
CaO	3,62	MS	
Al ₂ O ₃	18,41	MA/F	
Fe ₂ O ₃	6,64	LSF	
SiO ₂	52,08	MH	
MgO	1,46	C ₃ S	
Na ₂ O	0,51	C ₂ S	
K ₂ O	1,74	C ₃ A	
Cl-	0,048	C ₄ AF	
SO ₃	0,61	Titre	
PAF	SSB	
R. Ins	IAC	
Total	Ph. L	
CaO libre	AW	
Humidité	E/A	

Analyste :

Chef SCE / Chef labo

RX: BRUKER

 المجمع الصناعي لإسمنت الجزائر شركة الإسمنت لحجار السود GICA GROUPE Groupe Industriel des Ciments d'Algérie	شركة الإسمنت لحجار السود RESULTATS ANALYSES CHIMIQUES	F01-01/1000 Page : 01 sur 01
	Date : 25/05/2009 Version N° : 05	

Matière analysée : *Râte D*
 Date de prélèvement :
 Lieu de prélèvement :

Date : *25/05/09*

Désignations	Résultats en %	Désignations	Résultats en %	Observations
CaO	<i>18.65</i>	MS	
Al ₂ O ₃	<i>12.74</i>	MA/F	
Fe ₂ O ₃	<i>5.34</i>	LSF	
SiO ₂	<i>43.17</i>	MH	
MgO	<i>1.72</i>	C ₃ S	
Na ₂ O	<i>0.70</i>	C ₂ S	
K ₂ O	<i>1.67</i>	C ₃ A	
Cl-	<i>0.08</i>	C ₄ AF	
SO ₃	<i>0.54</i>	Titre	
PAF	SSB	
R. Ins	IAC	
Total	Ph. L	
CaO libre	AW	
Humidité	E/A	

Analyste :

Chef SCE / Chef labo

RX: BRUKER

ANNEXE II

Identification des bandes caractéristiques en analyse IR

<i>Nombre d'onde (cm⁻¹)</i>	<i>Vibration</i>
3700 ÷ 3010	ν (O - H) d'alcool, d'acide
3066	ν (= C - H) aromatique
3027	
2954	ν (C - H) aliphatique
2929	
2836	
2236	ν (C \equiv N) aliphatique
1726	ν (C = O) d'ester
1601	ν (C = C) aromatique
1493	
1450	δ_c (CH ₂) δ_{as} (CH ₃)
1376	δ (CH ₃)
1255	δ (O - H) d'alcool, d'acide
1169	ν (C - O - C) d'ester