

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique

Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -
X·O·V·E·X ·K·I·E C·:·K·:·I·A :I·K·X - X·O·E·O·t·t -



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة أكلي محمد أولحاج
- البويرة -

Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées

كلية العلوم والعلوم التطبيقية

DEPARTEMENT DE CHIMIE

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de Master

En CHIMIE

Spécialité : Chimie des Matériaux et Nanomatériaux

Par: M^{elle} **HADJ ALI Sabah**

M^{elle} **MAAMAR Louiza**

Sujet :

***Valorisation des boues de la STEP de BOUIRA
dans l'élaboration des matériaux céramiques
(carreaux de faïence)***

Soutenu publiquement le 25/09/2017.

Devant le jury composé de :

Mr. M. HALOUANE	MAA, Université de Bouira	Président
Mr. K. SBARGOUD	MCB, Université de Bouira	Examinateur
M^{me}. N. HAMRI	MAA, Université de Bouira	Examinatrice
Mr. A. BESTANI	MAA, Université de Bouira	Promoteur

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au laboratoire de procédés pour matériaux, énergie, eaux, environnement (LPM3E) de la faculté des sciences et des sciences appliquées de l'université de Bouira sous la direction de Monsieur **BESTANI** Maitre assistant à l'université de Bouira.

Nos remerciements s'adressent tout particulièrement à Monsieur **BESTANI Amar**, Maitre Assistant classe 'A' à l'UAMOB, d'avoir accepté de nous encadrer, pour avoir inspiré et de suivre avec intérêt ce travail. Qu'il trouve ici, l'expression de notre gratitude pour nous avoir fait confiance de mener à terme cette recherche. C'est grâce à lui que nous avons pu découvrir le monde de la recherche et vivre cette expérience très riche sur le plan scientifique et humain. Nous sommes très reconnaissantes de sa disponibilité, son aide et à sa méthode attentive et à ses qualités qui nous ont été d'un grand soutien moral.

Nous voudrions remercier Monsieur **HALOUANE MOURAD**, Maitre assistant classe A à l'Université AMO de Bouira, de nous avoir fait l'honneur d'accepter la présidence du jury de ce mémoire.

Nous exprimons notre profonde gratitude à Monsieur **SBARGOUD KAMEL**, Maitre de conférences classe B à l'Université AMO de Bouira, Pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail en acceptant de l'examiner.

En acceptant à témoigner notre profonde reconnaissance à **Madame HAMRI Nadia**, Maitre assistante classe A à l'Université AMO de Bouira, pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Nos remerciements s'adressent aussi à tous les membres de notre famille, qui nous ont toujours soutenus, encouragés et qui nous ont poussés à découvrir tellement de chose ; merci pour tout cela.

Nous tenons à remercier profondément l'ensemble des membres de l'équipe des techniciens des laboratoires de la faculté des sciences et des sciences appliquées, et surtout les technicien responsables de Labo N°2, pour leur grande amiabilité.

Nos plus vifs remerciements vont également à nos collègues de Chimie des Matériaux et Nanomatériaux.

DEDICACES

*Au nom de Dieu le Clément et le Miséricordieux et en termes
d'amour et de fidélité,*

je dédie ce présent mémoire :

A Mes chers parents pour leur patience, leur soutien

A mes chers frères :

OMAR et ses enfants Monib et Rahil

HAMZA et ses enfants Kaoutar Mohammed, Abd Raouf

SJD ALI et son enfant Khalil

Spécial dédicace a mon très cher frère YUCEF

A mes chères sœurs :

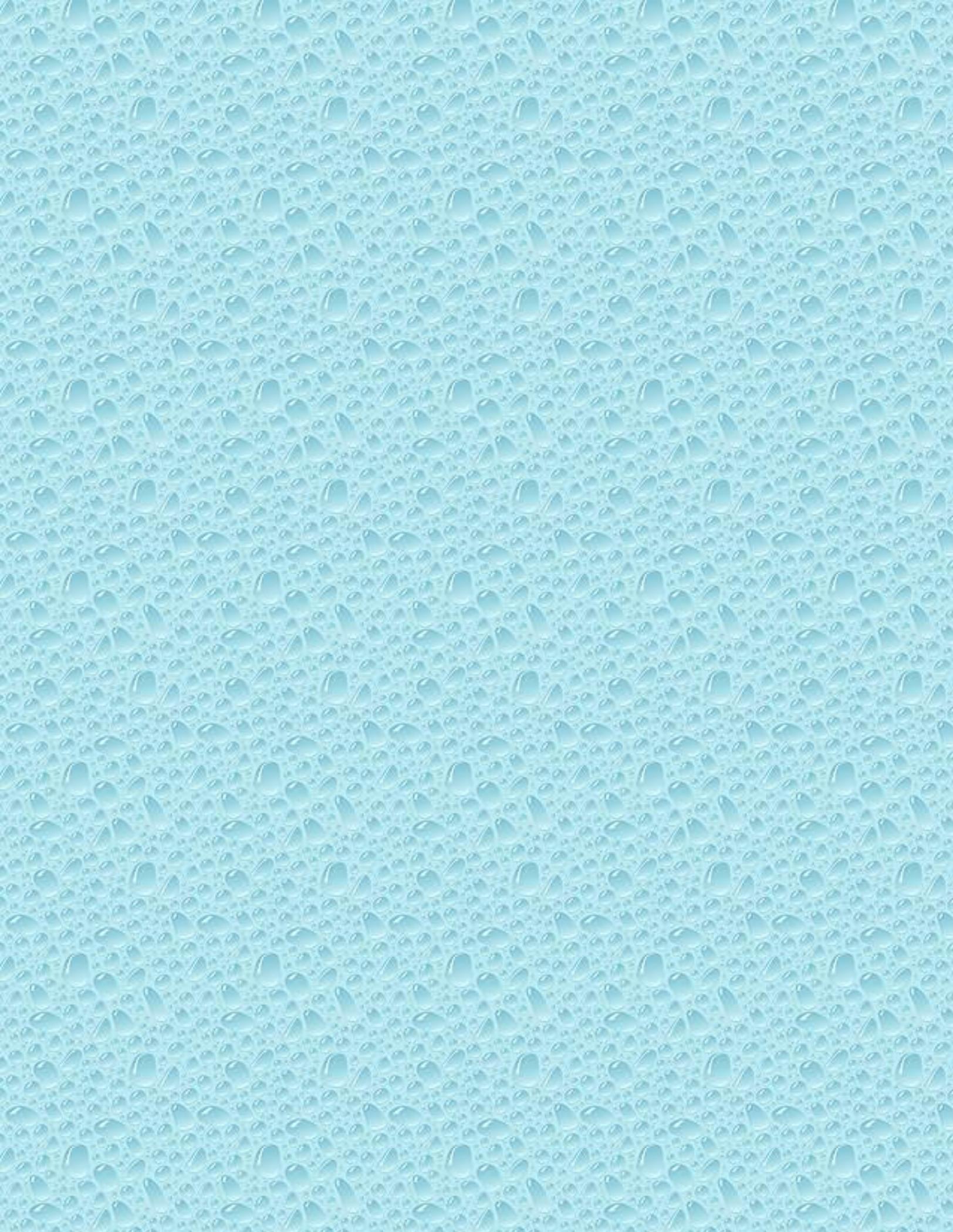
Dahbia, Zahia, Sarah Samira et leurs enfants :

Salssabille, Oways, Adem, Bara'a

A ma très chère binome Loiuza et sa famille

A toute la promotion de chimie 2017

SABAH



Dédicace

*J'ai l'insigne honneur de dédicacer l'œuvre de mon
mémoire aux personnes qui m'ont été chères ;*

*A Mes chers parents pour leur patience, leur soutien et
leurs encouragements ;*

A mon frère et mes sœurs ;

A ma très chère binôme Sabah et sa famille

A toute la promotion de chimie

2017

Louiza

Sommaire

SOMMAIRE

Introduction générale	01
------------------------------------	----

CHAPITRE I

Aspect Bibliographique

I-1) Définition des matériaux céramiques	03
I-2) les céramiques traditionnelles	03
I-3) Les céramiques techniques	04
I-4) Méthode d'élaboration des céramiques	04
I-4-1) Préparation ou synthèse des poudres	05
I-4-1-1) La synthèse par voie liquide ou chimique.....	05
I-4-1-2) La synthèse par voie solide.....	05
I-4-2) Broyage et Malaxage.....	05
I-4-3) Mise en forme	05
I-4-4) Le frittage des céramiques.....	06
I-5) Matières premières de fabrication des matériaux céramiques.....	06
I-5-1) les argiles Argile.....	06
I-5-1-1) Groupe des kaolinite-serpentine	07
I-5-1-2) Le groupe des illites (ou des micas)	08
I-5-1-3) Les montmorillonites	08
I-5-2) Le Sable	08
I-6) Généralités sur les boues.....	08
I-6-1) Définitions des boues de STEP.....	09
I-6-2) Valorisation des boues par incinération (calcination).....	09
I-6-3) Les filières de valorisation des cendres	10
I-7) Carreaux en faïence.....	10
I-7-1) Classification des carreaux selon la norme EN.159	11
I-7-2) Différents type de carreaux de faïence.....	11

I-7-2-1) Les carreaux à base de céramique	11
a) Carreaux de grés cérame fin vitrifié	11
b) Carreaux de grés étirés	11
c) Carreaux de grés cérame émaillés, étirés et pressés.....	12
d) Carreaux en terre cuite : (A2a, A2b, A3, B2a, B2b)	12
e) Carreaux faïences : (groupe B3).....	12
.....I-7-2-2) Carreaux à base de marbre	12
.....I-7-2-3) Carreaux à basse de plastiques : P.V.C	12
Références bibliographiques.....	13

CHAPITRE II

Techniques expérimentales

II-1) description de l'unité de faïencerie d'AOMAR.....	16
II-2) Les matières premières de production des carreaux de faïence dans l'unité	16
II-3) Atelier pressage /séchage	17
II-3-1) Alimentation des presses.....	17
II-3-2) pressage	17
II-3-3) séchage.....	17
II-4) Les méthodes physico-chimiques de caractérisation	18
II-4-1) Caractérisation par Diffraction de rayon X (DRX)	18
II-4-1-1) Définition.....	19
II-4-1-2) Principe de la méthode de diffraction des rayons x.....	19
II-4-1-3) Conditions d'analyse	19
II-5) Caractérisation par la Spectrométrie de fluorescence X.....	20
II-5-1) Principes de base.....	21
II-5-2) Principe d'analyse.....	21

II-5-3) Conditions d'analyse	22
II-6) Caractérisation par la résistance mécanique.....	22
II-7) Le taux d'humidité (Teneur en eau).....	23
II-7-1) Mode opératoire	23
Références bibliographiques.....	24

CHAPITRE III

Résultats et discussion

III-1) Caractérisation des matières premières utilisées	25
III-1-1) Le Kaolin brut.....	25
III-1-1-1) Caractérisation du kaolin brut par la spectroscopie de fluorescence X.....	25
III-1-1-2) Caractérisation du kaolin brut par la DRX	26
III-1-2) Le sable de Boussaâda.....	26
III-1-2-1) Caractérisation du sable par spectroscopie fluorescence X	27
III-1-2-2) Caractérisation du sable par diffraction de rayon X (DRX)	27
III-1-3) La cendre des boues.....	27
III-1-3-1) Echantillonnage, incinération des boues et leur broyage.....	27
III-1-3-2) Caractérisation de la cendre des Boues par spectroscopie fluorescence.....	28
III-1-3-3) Caractérisation du boue et traité par DRX	29
III-2) préparation de la barbotine destinée à la fabrication des carreaux de faïence.....	30
III-2-1) préparation de la barbotine du premier mélange.....	30
III-2-2) préparation de la barbotine du deuxième mélange.....	30
III-3) Détermination de la meilleure température du frittage des céramiques élaborés	32
III-3-1) Calcul du retrait du volume et mesure de la résistance mécanique.....	33

III-3-1-1) Pour le premier mélange.....	33
III-3-1-2) Pour le deuxième mélange.....	33
Références bibliographiques.....	35
Conclusion générale.....	36

*Introduction
générale*

Introduction générale

Le terme céramique a pour origine le mot **grec keramikos**, qui fait référence à la poterie et à la « **terre brûlée** ». Les céramiques constituent une gamme très étendue de matériaux non métalliques. Elles sont toutes élaborées par des procédés thermiques et incluent de nombreux Silicates et Oxydes ; beaucoup d'entre eux sont d'origine des argiles naturelles durcies par chauffage et qui sont analogues à celles qui servent à la fabrication de tuiles et de briques pour le bâtiment. Les constituants principaux de ces derniers, sont les argiles et les aluminosilicates provenant des feldspaths.

La structure moléculaire des céramiques est parmi les plus complexes de toutes celles du monde minéral. Les liaisons entre les atomes, de type covalent, sont très fortes. En conséquence, du point de vue de la dureté, de la résistance thermique ou mécanique, les céramiques montrent une nette supériorité par rapport à la plupart des matériaux métalliques. Les céramiques possèdent trois avantages importants par rapport à d'autres matériaux concurrents : les matières premières utilisées pour leur fabrication sont relativement disponibles et peu onéreuses, elles sont peu denses et résistent à des températures très élevées, là où la plupart des métaux perdent leur résistance, Enfin, elles ont des propriétés optiques, électriques, chimiques, magnétiques, thermiques, etc. qui les rendent irremplaçables dans de nombreuses industries.

Ce travail a pour objectif, la fabrication des carreaux de faïence en utilisant les boues issues du traitement des eaux urbaines de **OUED-HOUS**, ces dernières sont calcinées à 800°C dont le but d'obtenir une composition chimique analogue à celle des argiles et de remplacer l'argile de la gare Aomar utilisée dans la fabrication de ces carreaux. Pour cela il consiste dans un premier lieu, à l'analyse physicochimique des matières premières utilisées dans la fabrication des carreaux de faïence dans l'unité S.A.R de la gare Aomar. Dans le second lieu, à l'élaboration de deux mélanges dont lesquelles l'argile de la gare Aomar est remplacée par la cendre des boues calcinées à 800°C en quantité différentes dans le but de voir la proportion optimale qui nous donne une bonne résistance mécanique et qui répond aux normes internationale.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres : Le premier chapitre est une étude bibliographique axée, dans un premier lieu, sur la description des matériaux céramiques et les matières premières utilisées dans leur fabrication. En second lieu, nous présentons des généralités sur les boues de la STEP de BOUIRA utilisées dans cette étude. Ce chapitre sera

Introduction générale

clôturé par des généralités sur les carreaux de faïence de point de vue de leur classification selon la norme EN 159 et les différents type de ces derniers.

Dans le deuxième chapitre, on décrit les différentes techniques expérimentales de production des carreaux de faïence de l'unité SAR d'AOMAR (BOUIRA) et les techniques d'analyses physicochimiques utilisées pour l'obtention des informations sur nos échantillons de point de vue composition chimique, phases minéralogiques et la résistance mécanique.

Et pour finir, le troisième chapitre est consacré à la discussion des résultats obtenus. Il est divisé en deux parties, dont la première consiste à la caractérisation des matières premières utilisées pour la fabrication de nos carreaux de faïence et la deuxième partie, à la discussion des résultats obtenus pour différents échantillons de carreaux élaborés dans cette étude. Enfin, une conclusion générale sera établie.

Chapitre I

Etude Bibliographique

Les matériaux céramiques sont habituellement obtenus au moyen d'un traitement thermique à température élevée portant le nom de « cuisson ». Ils peuvent être considérés comme les biomatériaux permettant l'élaboration des restaurations les plus esthétiques, ils ont longtemps été utilisés surtout pour la confection de dents artificielles pour prothèses amovibles et l'élaboration de couronnes et de bridges céramo-métalliques.

I-1) Définition des matériaux céramiques :

Les matériaux céramiques sont des matériaux solides non métalliques et non organiques, ce sont des mélanges poudreux ou cendreaux homogènes constitués par une combinaison qui d'oxydes et de sels métalliques (matière première traditionnelle comme une terre argileuse) subissent une transformation irréversible à haute températures et acquiert des propriétés nouvelles (solidité, résistance à l'usure et à la chaleur, etc). La plupart des céramiques modernes sont préparées à partir de poudres consolidées (mise en forme par compression dans un moule) et sont densifiées par un traitement thermique (le frittage).

La plupart des céramiques sont des matériaux poly-cristallins, c'est à dire comportant un grand nombre de microcristaux bien ordonnés (grains) reliés entre eux par des joints des grains comme illustré sur la (**figure I-1**) [01].

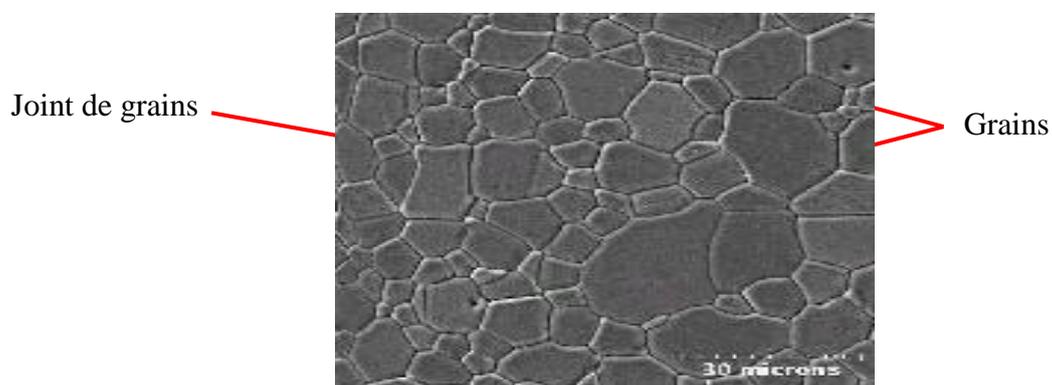


Figure I-1 : Observation microscopique (par MEB) d'une céramique polycristalline obtenue après frittage

MEB : microscope électronique de balayage

Les céramiques à base de silicate d'alumine sont les mieux connues. On distingue deux grands types de céramiques : les céramiques traditionnelles et les céramiques techniques

I-2) Les céramiques traditionnelles :

Les céramiques dites traditionnelles, sont produites essentiellement à partir de matières premières naturelles (argiles, feldspath, kaolin, quartz) et généralement mises en œuvre par coulée (barbotine), ce sont celles que l'on trouve dans notre environnement quotidien : arts de la table, sanitaires, la Faïence, terre cuites (briques de construction), porcelaines (vaisselle, objets, décoratifs... etc), dont les techniques d'élaboration des céramiques traditionnelles sont largement adaptées et améliorées.

I-3) Les céramiques techniques :

La céramique technique est une branche de la céramique qui traite des applications industrielles, par opposition aux créations artisanales (poterie), artistiques (céramique d'art) ou porcelaines dont l'objectif de cette industrie est la création et l'optimisation de céramiques aux propriétés physiques spécifiques (mécaniques, électriques, magnétiques et optiques) et aux propriétés électriques (isolants, magnétiques, optiques, supraconductrices, thermique, thermomécaniques, etc) qui ont ouvert un monde nouveau d'opportunités de développement dans tous types d'industries. En effet, dans le milieu médical, les céramiques sont utilisées depuis longtemps pour la fabrication de prothèses dentaires et osseuses. Les prothèses de première génération sont parfaitement tolérées par l'organisme, mais restent des corps étrangers. Aujourd'hui, l'utilisation des céramiques dont la composition chimique est encore mieux adaptée : le phosphate de calcium appelé hydroxy-apatite, est utilisé en raison de sa composition chimique quasi identique à celle de l'os.

Les céramiques techniques sont obtenues par frittage (traitement thermomécanique dans des fours spéciaux, qui provoque la cohésion de granulés de poudre avec un « aggloméré » préparé par compression à froid) ou par électrofusion (les oxydes sont coulés directement dans un four). Ces matériaux associent des liaisons covalentes et ioniques, ce sont des solides iono-covalents mais qui peuvent avoir parfois un caractère métallique, du point de vue de leurs composition chimique[02].

I-4) Méthodes d'élaboration des céramiques :

La fabrication de la céramique fait intervenir en générale de nombreuses étapes qui peuvent être les suivantes : [03, 04]

- choix des matières premières
- broyage et malaxage
- préparation d'une barbotine ou une pâte céramique par l'ajout de l'eau

- séchage de la barbotine jusqu'à un taux d'humidité entre 7 et 10%
- mise en forme de la poudre humide obtenue par pressage dans un moule à haute pression.
- Frittage de céramique obtenu dans un four

L'élaboration de la poudre et le procédé de frittage sont des étapes cruciales dans le procédé de fabrication de la céramique. En effet, les caractérisations de la céramique dépendent d'une part de la pureté, de l'homogénéité et de la distribution granulométrique de la poudre et d'autre part de la température et du temps de frittage [02].

I-4-1) Préparation ou synthèse des poudres :

Les différentes techniques d'élaboration des poudres peuvent être classées en deux catégories :

- La synthèse par voie liquide ou chimique.
- La synthèse par voie solide.

I-4-1-1) La synthèse par voie liquide ou chimique :

La synthèse par voie liquide permet d'obtenir des poudres à répartition chimique homogène, elle est définie par transformation d'une solution organométallique à un matériau solide

I-4-1-2) La synthèse par voie solide:

L'élaboration par voie solide est un procédé facile à mettre en œuvre et peu-couteux et le plus utilisé dans l'industrie, c'est la méthode la plus directe pour la préparation des solutions solides.

I-4-2) Broyage et Malaxage:

L'opération de malaxage permet l'homogénéisation de la préparation et le broyage permet d'obtenir une taille des grains moyenne plus petite de l'ordre du micron jusqu'à l'obtention d'une granulométrie faible et homogène. A la fin du mélange – broyage, la barbotine est récupérée dans un grand plat en porcelaine afin d'éviter la ségrégation par sédimentation lors du séchage sous épi radiateur infrarouge. Une fois séchée, la poudre est récupérée et désagglomérée manuellement dans un mortier.

I-4-3) Mise en forme :

La mise en forme est un thème central dans la fabrication des céramiques car chaque application nécessite une géométrie précise. Il existe deux catégories principales de mise en forme de céramiques qui sont :

- le pressage (d'une poudre sèche).
- le coulage en barbotine (mise en forme d'une pâte ou dispersion).

Le choix de la méthode pour la fabrication d'un corps crus de poudre dépend de plusieurs facteurs comme les propriétés souhaitées, la géométrie de la pièce, sa taille, les tolérances dimensionnelles, l'état de surface, et naturellement le prix et taux de production. La chimie physique de la surface des matériaux pulvérisés (grande surface spécifique 5-15 m²/g) est très importante pour la mise en forme des corps crus (c'est-à-dire avant cuisson ou frittage) [05].

I-4-4) Le frittage des céramiques :

Le frittage est la dernière étape pour l'élaboration d'un matériau céramique. c'est un phénomène compliqué dont le quel on trouve ces dernières années de nombreuses études ont été réalisées sur la cinétique et sur le mécanisme du frittage, et malgré cela, aucune théorie ne semble être capable d'expliquer ce processus, soit du point de vue cinétique soit du point de vue thermodynamique [06].

En conséquence, parmi les différentes caractéristiques physico-chimiques, les scientifiques choisissent d'habitude la porosité comme paramètre pour la description du processus de frittage des corps céramiques. En effet, les variations géométriques du matériau peuvent être interprétées par les variations de dimensions et de formes des pores qui sont liées aux phénomènes de croissance des phases cristallines.

I-5) Matières premières de fabrication des matériaux céramiques :

La fabrication des matériaux céramique est basée sur l'utilisation des ressources naturelle par l'homme. En effet ; les ressources argileuses et le sable sont principalement utilisés dans la fabrication des matériaux de constructions (brique, faïence dalles de sol et poteries...etc) .

I-5-1) Les argiles :

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 le temps.

De nos jours l'utilisation des argiles, notamment celles qui sont riches en SiO_2 et Al_2O_3 , connaît un nouveau essor dans la construction, dans la céramique industrielle et artisanale, dans l'industrie pharmaceutique et dans la poterie[7].

Les argiles sont les produits de la dégradation chimique des composants des roches magmatiques originelles, en particulier les micas des granites, les basaltes et les Feldspaths (*constituant essentiel des roches magmatiques et métamorphiques*), d'où ; Ce sont des Roches sédimentaires constituées par des silicates d'aluminium plus ou moins hydraté et elles présentent une structure en feuillets (phyllo-silicates), dont les interstices peuvent contenir de l'eau qui résulte des variations de distance entre ces feuillets selon le taux d'hydratation [06].

Les minéraux argileux sont des silicates d'alumine hydratés, parfois plus au moins Magnésiens ou ferriques et quelque fois calciques et même alcalins. On peut citer quelques constituants des argiles utilisées dans l'industrie céramique [8]:

- Le groupe kaolins
- Le groupe des illites (ou des micas)
- Les montmorillonites

I-5-1-1) Groupe des kaolinite-serpentine :

Ces minéraux sont des poly-types de la kaolinite $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Ils se caractérisent par un mode d'empilement d'une même couche différent et un peut de substitutions cationiques, le kaolin est une argile blanche, composée principalement de fines particules sous forme de plaquettes. Les kaolins se présentent sous différents aspects qui influencent leur utilisation finale. Le degré de cristallinité influence leur luminosité, leur blancheur, leur opacité, leur brillance, leur résistance en film mince et leur viscosité, ce qui détermine leur intérêt commercial. En effet, on peut utiliser le kaolin dans plusieurs domaines comme : les papiers, céramique ; réfractaires, fibre de verre, cosmétique et produits pharmaceutiques...ect [9].

Le kaolin se transforme en mullite et en verre lorsqu'il est cuit à des températures dépassant 1000°C . Il est utilisé dans les **faïences** : la vaisselle, les appareils sanitaires, et les carrelages. Il procure la résistance et une plasticité nécessaires pour la mise en forme de ces produits et réduit le degré de déformation du matériau lors de la cuisson. ses qualités de résistance et de plasticité, le kaolin est essentiel en **vaisselle** pour obtenir une blancheur élevée

après la cuisson. Cette propriété provient de sa faible teneur en éléments colorants comme le fer et le titane. Le kaolin procure aussi, dans certaines conditions, la translucidité de la porcelaine [10].

I-5-1-2) Le groupe des illites (ou des micas) :

Les argiles illitiques sont plus plastiques que les argiles kaolinitiques, le point de fusion peut varier de 1000 à 1300° C, On voit bien que les terres illitiques vont être des matières peu réfractaires, elles sont facilement fusibles [11].

I-5-1-3) Les montmorillonites :

Les propriétés de la montmorillonite sont bien plus marquées, les montmorillonites sont des agrégats cristallins à particules extrêmement fines, Ils ont un diamètre de 0,1 à 1µm .Elles ne peuvent pas exister en grosses particules de quelques millimètres. Une simple agitation dans l'eau les réduit en feuillets micacés de l'épaisseur d'une seule molécule, sans forme cristalline apparente.

Les montmorillonites se gonflent beaucoup si elles sont mouillées. Différemment des kaolinites, elles commencent à perdre l'eau d'hydratation à 120° C, et elles sont beaucoup plus plastiques que les kaolinites [12].

I-5-2) Le Sable :

Le sable est un matériau granulaire constitué de petites particules provenant de la désagrégation d'autres roches dont la dimension est comprise entre 0.063mm (limon) et 2 mm (gravier) selon la définition des matériaux granulaires en géologie. Sa composition peut révéler jusqu'à 180 minéraux différents (quartz, micas, feldspaths) ainsi que des débris calcaires de coquillage et de corail [13].

Le tableau suivant montre les limites inférieure et supérieure du diamètre des grains et le numéro du tamis A. S. T. M. correspondants, pour trois plages de grain de sable : sable grossier, sable moyenne et sable fin [14].

Nom	Diamètres des grains	Numéro A. S. T. M des tamis
Sable grossier	>2,00 mm à <4,75 mm	Tamis 10-tamis 4
Sable moyen	>0,465 mm à < 2,00 mm	Tamis 40- tamis 10
Sable fin	>0,0625 mm à <0,465mm	Tamis 200 – tamis 40

S.T.S.M : système de classification unifiée de sols.

Tableau I-1 : *les limites inférieures et supérieures du diamètre des grains et le numéro de tamis*

I-6) Généralités sur les boues :

Les stations d'épuration sont destinées à traiter les eaux usées produites par les activités domestiques et industrielles. Ce traitement épuratoire consiste en un transfert de la pollution organique et minérale de la phase liquide (eau) vers une phase solide (boues) et une phase gazeuse (émission de CO₂, N₂...). Les boues produites constituent ainsi un déchet direct provenant de la filière de traitement des eaux usées [15].

On distingue habituellement deux types de boues : urbaines et industrielles. Les premières sont produites dans les stations d'épuration traitant les effluents dits « urbains », constituées majoritairement des eaux usées d'origine domestique [16] caractérisées par de mauvaises odeurs et un pourcentage de 94 à 98% en eau et 1,5 à 2,5% de matières solides riches en matières organiques [17], matières minérales en suspension, des microorganismes résultant de l'épuration biologique et des éléments fertilisants tels que l'azote et le phosphore qui peuvent être une source d'énergie, tandis que les secondes sont beaucoup plus hétérogènes et dépendent du type d'industrie dont elles proviennent [18]. Elles contiennent des matières organiques (effluents d'abattoirs ou de fermentations, ...), et des matières inorganiques (composés toxiques, métaux lourds, ...) [19].

I-6-1) Définitions des boues de STEP :

Une boue est un résidu issu d'une phase d'épaississement lors d'un traitement d'eau (effluent urbain, effluent industriel, préparation d'eau industrielle). Ainsi, on parle de "boue" lorsque ce résidu a été séparé une première fois du flux aqueux. L'appellation « boues de station d'épuration des eaux usées » désigne l'ensemble des résidus de l'activité biologique des micro-organismes vivant dans les stations d'épuration, qui transforment les matières transportées par les eaux usées pour qu'elles puissent en être extraites. Elles sont constituées essentiellement d'eau, de matière organique plus ou moins minéralisée, de matière minérale issue de l'effluent, de bactéries et de leurs résidus [20].

I-6-2) Valorisation des boues par incinération (calcination) :

L'incinération correspond à une évaporation complète de l'eau comprise dans les boues (y compris l'eau interstitielle) à hautes températures puis l'oxydation complète de leur fraction organique à 800-900°C, en atmosphère oxydante (excès d'air) en CO₂ et H₂O [21]. Les cendres d'incinération ont une teneur en matière organique et humidité très faibles, ou presque nulles. Elles sont principalement composées de silice, de fer, de calcium, d'alumine, d'oxyde de magnésium, et de pentoxyde de phosphore, la composition de la

endre peut varier significativement. Elle dépend, notamment, des additifs introduits lors du conditionnement des boues (la déshydratation qui consiste à déstabiliser la suspension colloïdale afin d'en augmenter le rendement) [30].

Les cendres issues de l'incinération des boues en lit fluidisé constituent un matériau pulvérulent de type limon/sable fluide. Il a été montré qu'elles participent chimiquement lorsqu'elles sont incorporées dans le processus de cuisson de briques et qu'elles ont des propriétés pouzzolaniques (dus à la présence de silice réactive) qui les rendent potentiellement utiles dans les produits de béton manufacturés [23].

I-6-3) Les filières de valorisation des cendres :

Les filières de valorisation consistent à l'utilisation des cendres en tant que matériau secondaire. Elles peuvent être classées en plusieurs groupes, selon la propriété physique, chimique ou minérale recherchée. On distingue :

- Valorisation des cendres pour leur teneur en phosphore soit pour la production d'acide phosphorique (H_2PO_4).
- Utilisation en tant que matériau de recouvrement ou de revêtement dans les centres de stockage.
- Utilisation des cendres en tant que produits ou additifs de traitement.
- Valorisation des cendres en tant que matières premières secondaires.
- Valorisation des cendres dans les produits céramiques.

A partir de tous ce que nous avons vu dans ce chapitre, notre choix est porté sur la valorisation du résidu (endre) de calcination des boues issues du traitement des eaux urbaines au niveau de la station d'épuration de OUED-HOUSS (Bouira), pour la fabrication de carreaux de faïence en utilisant ce résidu mélangé avec une argile et un sable de production locales (Kaolin de Tamazert et sable de Boussada). Pour cela, il est nécessaire de donner quelques généralité sur les carreaux sol et dalles de sol.

Le terme de carrelage désigne à l'origine l'action de poser des carreaux, il désigne alors un revêtement de sol ou de murs formé de carreaux de céramique - terre cuite, carreaux de faïence, carreaux de grès (souvent appelés grès-cérame) - ou bien carreaux de marbre ou de ciment. Ces différents types de carreaux sont juxtaposés puis collés ou scellés. Un carrelage est couramment utilisé pour la finition et la décoration des sols et des murs pour les habitations et autres locaux, aussi bien à l'intérieur qu'en extérieur.

I-7) Carreaux en faïence :

La faïence désigne une céramique qui se compose normalement d'un mélange d'argile, de quartz, de feldspath et éventuellement d'autres minerais. Pour le carreau en faïence, le mélange de matériau finement broyé est pressé à sec sous forme d'un carreau sous une pression élevée. Il n'est pas étanche à l'eau. L'absorption d'eau atteignant 10%, elle est relativement élevée, donc la surface supérieure d'un carreau en faïence doit toujours être émaillée (application d'une couche mince d'email sur la surface, elle est appelée glaçure destinée à masquer l'aspect du carreau pour remédier sa porosité [24].

I-7-1) Classification des carreaux selon la norme EN.159 :

La normalisation Européennes classe les carreaux selon leur mode de façonnage et leur poids d'eau absorbée en groupe, le tableau I-2 montre cette classification [25]

Tableau I-2 : *Classification des carreaux selon leur mode de façonnage et leur poids d'eau absorbée en groupe*

	Groupe 1 E ≤ 3%	Groupe 2 3 < E ≤ 6%	Groupe 3 6 ≤ E ≤ 10%	Groupe 4 E > 10%
A (carreaux étirés)	A 1	A2a	A2b	A3
B (carreaux pressés)	B1	B2a	B2b	B3
C (carreaux coulés)	C1	C2a	C2b	C3

I-7-2) Différents type de carreaux de faïence :

On distingue trois types de carreaux de faïence .En outre, les carreaux émaillés et les carreaux non émaillés peuvent être classés, selon leur, modes de fabrication et leurs porosités.

I-7-2-1) Les carreaux à base de céramique :**a) Carreaux de grés cérame fin vitrifié :**

Ce sont des carreaux vitrifiés peu poreux non émaillés, pour leur obtention on utilise un mélange d'argile vitrifiable avec ou sans adjonction de fondants ordinairement alcalins. Ce mélange est pressé et cuit à une température suffisante pour obtenir un produit fini non susceptible d'altération dans le temps, compact, homogène, incombustible, résistant à la corrosion et aux influences atmosphériques.

Pour ce type de carreaux la quantité d'eau absorbée est inférieure ou égale à :

- 1.5% pour les carreaux clairs à basse de blanc (groupe B1).
- 3% pour tous les autres coloris (groupe B1).

b) Carreaux de grés étirés :

Ils sont constitués d'un mélange d'argile vitrifiable additionné ou non à d'autres minéraux. Le mélange de départ à l'état plastique est étiré, séché et cuit à une température suffisante pour l'obtention d'un produit fini non susceptible d'altération dans le temps, dur, compact incombustible et résistant à la corrosion et aux influences atmosphériques.

Pour ce type de carreaux, la quantité d'eau absorbée est :

- Inferieur ou égale à 3 % pour les carreaux du groupe A1.
- Comprise entre 3 et 6 % pour les carreaux du groupe A2a.

Les carreaux de grés étirés offrent de bonnes résistances à la flexion, à l'usure, à la rupture, au gel et au choc thermique.

c) Carreaux de grés cérame émaillés, étirés et pressés :

Ce sont des carreaux de grés cérame fin vitrifiés ou de grés étiré recouverts d'un émail, généralement opaque et coloré. Comme les carreaux de grés émaillés sont compacts, homogènes et incombustibles.

d) Carreaux en terre cuite : (A2a, A2b, A3, B2a, B2b)

Ils sont fabriqués à partir d'un mélange d'argiles naturelles plus ou moins fondantes .Ces produits sont étirés ou pressés .Ce type de carreaux peut être brute (non émaillés) ou émaillés.

e) Carreaux faïences : (groupe B3)

Ils sont constitués de deux parties intimes liées par la cuisson, un corps claire dit « biscuit» et un émail vitrifié opaque ou transparent recouvrant l'une des faces du biscuit, l'émail peut être brillant, semi-mat, mat.

I-7-2-2) Carreaux à base de marbre :

Ce sont des carreaux fabriqués en faisant l'extraction des roches de marbre du gisement ils sont ensuite polis, et sont incombustibles.

I-7-2-3) Carreaux à base de plastiques : P.V.C

Ces carreaux sont obtenus par le mélange d'une résine P.V.C préparée suivant le procédé de polymérisation en émulsion des adjuvants (stabilisants, charges, pigments ...etc). Ces carreaux sont combustibles et ne résistent pas aux agents chimiques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Philippe Boch « *Matériaux et processus céramique* » Paris, Hermès Science Publications, 2001.
- [2] LAMRANI Epouse AMAOUZ Nouara « *Synthèse et caractérisation de matériaux diélectriques à structures pérovskite complexe de type $Ca_{1-x}AxTi_{1-y}ByO_3$ ($A=Sr, B=Zr, \dots$)* » thèse de doctorat à l'Université de Tizi Ouzou, 2011.
- [3] Mme Khariéf Amel « *Synthèse, caractérisations et étude structural des céramiques PZT de type pérovskite $Pb_{1-x}La_zCa_x[(Zr_yTi_{1-y})_{0.75}(Sb)_{0.25}]O_3$* ». Mémoire de magistère à l'Université Mentouri de Constantine 2012.
- [4] Le CARMA (centre d'animation régional en matériaux avancés), rapport « *les céramiques industrielles* », applications industrielles et développements potentiels dans les Alpes – Maritimes, octobre 1990.
- [5] T.A.RING « *Fundamentals of Ceramic Powder Processing and Synthesis* » Academic Press (1995).
- [6] REBIAI LAKHDAR « *ETUDE THERMODYNAMIQUE DE MATERIAUX FRITES A BASE DU KAOLIN TAMAZERT.* ». Mémoire de magistère à l'Université Mentouri de Constantine 2006.
- [7] HARRAT Mohamed « *Contribution à l'amélioration du procédé de fabrication de la céramique, Étude sur site: unité Maghreb céramique de Touggourt* » mémoire magister à l'Université Kasdi Merbah Ouargla 2007.
- [8] TALIDI Abdellah, « *Etude de l'élimination du chrome et du bleu de méthylène en milieux aqueux par adsorption sur la pyrophyllite traitée et non traitée* », thèse pour l'obtention du grade de docteur, Université de MOHAMAD V - AGDAL, Faculté des sciences Rabat, 30 juin 2006.
- [9] LES Minéraux industriels façonnent notre univers « **EKA**-Association Européenne du kaolin (Membre d'IMA-Europe) www.ima-eu.org/eka.html
- [10] H. Baccour Zghal, M. Medhioub et T. Mhiri (CARACTERISATION PHYSICOCHIMIQUE ET MECANIQUE DE MATERIAUX CERAMIQUES OBTENUS A PARTIR DES ARGILES TUNISIENNES) *Verres, Céramiques et Composites, Vol.1, N°2 (2011), 25-33.*
- [11] Fouad BOUYAHBAR, Jean-Pierre MUZEAU et Frédéric RAGUENEAU (*Les matériaux de Construction traditionnels*), *Techniques de l'ingénieur* 2^{ème} édition C905 (Mai 2009) P 18 – 20

- [12] BRAHAMI MOHAMMED « Comportement céramique des différentes argiles de gisement de SIDI RACHED au cours du traitement thermique » mémoire de fin d'études à l'université Boumerdes ,1996.
- [13] DENIS Delestrac, Article « le Sable : enquête sur une disparition », diffusé sur Arte, 28 mai 2013.
- [14] PIERRE bédard « Clef d'identification visuelle des grains de sable », version(1,0) ,2014.
- [15] D. LACHASSAGNE, « Devenir de micropolluants présents dans les boues d'épuration, du traitement à l'épandage agricole : application aux micropolluants métalliques (Cd, Cu) et organiques (médicaments) issus du traitement biologique conventionnel d'effluents urbains ou hospitaliers », 2014.
- [16] H. AMADOU, « modélisation de séchage solaire sous serre des boues de station d'épuration urbain », 2007.
- [17] R. ALBRECHT « Co-compostage de boues de station d'épuration et de déchets verts : Nouvelle méthodologie du suivi des transformations de la matière organique. », 2007.
- [18] L. HAMMADI, A.PONTON et M. BELHADRI « Effet de traitement thermique sur le comportement physico-chimique et rhéologique des boues activées de station d'épuration », Revue des Energies Renouvelables, 2008.
- [19] M AZOUZZI etAIT YOUNS, « Valorisation des boues de la station d'épuration de la ville de Marrakech », 2012.
- [20] E. LAETITIA, L. GONDA , B. LIRA RUIZ, M. PAULINE, L. PRENEZ , F. SCHNEIDER, R. URSINI, « L'analyse du traitement des boues d'épuration en Région de Bruxelles », Projet Interdisciplinaire, 2011.
- [21] ABD. RAMDANI, « Biodégradation du résidu endogène de boues activées », 2011.
- [22]H. LOPES M, P ABELHA, N LAPA, J.S OLIVEIRA., I CABRITA., I.GULYURTLU, « Le comportement des cendres et des métaux lourds lors de la co-combustion des boues d'épuration dans un lit fluidisé, gestion des déchets. », 2003.
- [23] M.A. DUNSTER, « Caractérisation des déchets minéraux, des ressources et le traitement la gestion des déchets technologies intégrées pour la production de matériaux de construction- Étude de cas: Incinération des boues d'épuration des cendres (AISS) en béton cellulaire autoclave (AAC) », 2007.
- [24] M. Chen, « Faisabilité technique et environnementale de l'utilisation dans des matériaux de construction cimentaires de cendres d'incinération de boues de station d'épuration. », 2012.

[25] AFNOR NORME Française N. F.EN.159 : Carreaux et dalles céramiques pressés à sec à absorption d'eau $E > 10\%$, groupe BIII. pp8 (1991).

Chapitre II

Techniques Expérimentales

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés en premier lieu à la description de l'unité de faïencerie d'AOMAR (BOUIRA) et les principales matières premières utilisées dans sa production de carreaux de faïence. En deuxième lieu ; à la description des Techniques physico-chimiques de caractérisation des échantillons de point de vue définition, le principe de chaque méthode et les conditions d'analyses utilisées pour chacune d'elles.

II-1) Description de l'unité de faïencerie d'AOMAR:

L'unité de faïencerie d'AOMAR se situe à 1 Km au nord ouest de la commune d'AOMAR qui est à 20 Km à l'ouest de la wilaya de BOUIRA. Sa mise en marche commença depuis 1992 dont l'équipement a été importé d'Italie et monté par les cadres compétents de l'unité et les spécialistes de la firme italienne. Cette unité développe une capacité d'environ ,1200 m² de faïence par jour.

La carrière de cette unité se situe au nord de l'unité à une distance de 3 Km dont on trouve l'extraction de deux extraits de ce dernier est composée de deux couleurs (grise et jaune). Ces deux argiles sont mélangées directement pendant l'exploitation de gisement (70% d'argile grise et 30% d'argile jaune).

II-2) Les matières premières de production des carreaux de faïence dans l'unité :

Les matières premières utilisées dans la production des carreaux de faïence au niveau de la faïencerie d'AOMAR sont celles du mélange d'argile cité précédemment, le Kaolin de Tamazert, les feldspaths et le sable dont les proportions sont de 35,8% du mélange d'argile d'Aomar Grise et jaune, 20% de Kaolin, 1,8 % du sable, 1,8 % de feldspaths, 0,6% de tripolyphosphate et 40% d'eau.

Ces proportions sont mélangés dans un broyeur du type MTD 300, jusqu'à l'obtention d'une barbotine homogène qui sera envoyée au tamis vibrant (poste109) installé sur une cuve de service de l'atomiseur (poste107). Notons ici que la barbotine arrive sous pression constante (25-30 atm) à l'anneau distributeur placé dans l'atomiseur.

Les poudres sortant de l'atomiseur, au moyen des bandes transporteuses, arrivent à la bouche de l'élévateur à godets et au moyen d'un dispositif de déviation électro –pneumatique à deux canaux, la poudre atomisée arrive aux deux silos de repos poudres, dont la capacité est de 50 m³. Les silos de repos doivent être vernis au dedans moyennant un vernis spécial époxydique afin d'éviter que les poudres atomisées humides ne s'attachent aux parois.

II-3) Atelier pressage /séchage :**II-3-1) Alimentation des presses :**

Les poudres atomisées sont convoyées des silos, au moyen des alimentateurs extracteurs roulants. Elles sont ensuite déchargées dans un élévateur à godets et passées aux tamis vibrants du type AV 30/B.

Par un convoyeur et un déviateur pneumatique, chaque trémie de la capacité de 1,7 m³ pour l'alimentation des presses est alimentée. Tout le système de déplacement des poudres, tamisage et contrôles de niveau est commandé par un tableau électrique.

Au fond des trémies de la presse est installé le dispositif homogénéisateur type ACP 110 qui assure une distribution parfaite de la poudre aux différents tiroirs de la presse.

II-3-2) Pressage :

Le moulage du support est effectué au moyen de presses hydrauliques. Pour un examen détaillé des caractéristiques de la presse on renvoie aux renseignements pour l'usage et l'entretien livrés avec la machine.

Pour un examen à grands traits, la presse est composée d'un pisto supérieur connecté à la traverse porte-poinçons pour le moulage des carreaux. Le piston est actionné par un double circuit hydraulique fonctionnant à deux pressions. Le cycle de pressage commence par l'expulsion du carreau moulé au cours du pressage précédent par levage des poinçons inférieurs du fond de la matrice jusqu'au niveau du plan ; l'avancement du chariot tiroir pousse dehors les carreaux et à la suite de la baisse des poinçons inférieurs (le chute) dans la course de retour, on remplit les matrices de poudre jusqu'au bord.

Le poinçon inférieur baisse par une autre part (2^e chute) et quand le tiroir est revenu en position de repos, commence la première descente de la traverse. Le pressage du matériau n'est pas fort puisque son rôle principal est celui d'enlever l'air qui se trouve parmi les particules de poudre (désaération). Le second pressage par contre est celui de moulage véritable, à même de donner au matériau le compactage voulu. Le cycle est donc répété avec éjection des carreaux et le chargement des matrices.

II-3-3) Séchage:

Le séchage est l'une des opérations fondamentales pour la bonne réussite du produit final. Il joue le rôle d'évaporer presque totalement l'eau des carreaux avant qu'ils soient soumis au procédé de cuisson. En effet si l'on cuisait le matériau contenant encore l'humidité de

pressage, le chauffage rapide causerait des déformations et des craquelures dans les objets, ou encore leurs concassage provoqué par la vaporisation trop rapide de l'eau.

II-4) Les méthodes physico-chimiques de caractérisation :

II-4-1) Caractérisation par Diffraction de rayon X (DRX) :

Depuis plusieurs dizaines d'années les rayons X sont utilisés par des laboratoires ou des industriels dans de multiples domaines tels que la physique et la chimie des solides, la minéralogie, la métallurgie, la pharmacologie, le cosmétique, la biochimie, l'étude des surfaces, etc. Cette technique d'analyse est destinée à contrôler la composition et la structure cristalline des matériaux. Il est possible de déterminer l'arrangement atomique d'une structure cristallisée, l'identification et la quantification de phases ou encore l'orientation de cristallites.

La DRX est aussi largement reconnue pour sa souplesse et sa capacité à résoudre un nombre pratiquement illimité de problèmes d'analyse de matériaux.

II-4-1-1) Définition :

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs. Les atomes s'organisent donc en plans réticulaires plus ou moins denses qui sont désignés par leurs coordonnées (h, k, l) dans un système de repérage de l'espace.

II-4-1-2) Principe de la méthode de diffraction des rayons X:

Le principe de cette technique consiste à éclairer une surface d'analyse par un faisceau monochromatique de rayons X, et récupérer le signal diffracté par les structures de chacune des phases cristallines du matériau à analyser. La technique s'appuie sur le fait qu'un réseau cristallin est constitué d'un empilement de familles de plans réticulaires parallèles et équidistants. Le faisceau de rayons X incident est réfléchi partiellement par le premier plan. Le faisceau non réfléchi "tombe" sur le deuxième plan pour être à nouveau partiellement réfléchi. Et ainsi de suite. Pour que les ondes diffusées par les différents plans soient en phase et que l'intensité totale de l'onde diffusée soit importante, il faut que la loi de Bragg soit vérifiée: [1]

$$n \lambda = 2d \sin \theta$$

Equation (1)

Avec

d , θ , n et λ correspondent à la distance entre deux plans cristallographiques (distance inter-réticulaire hkl), l'angle d'incidence, l'ordre de diffraction (nombre entier) et longueur d'onde des rayons X, respectivement.

Cette relation montre qu'il suffit de mesurer les angles de Bragg (θ) pour déterminer les dimensions et la forme de la maille élémentaire du cristal. Les amplitudes des ondes réfléchies permettent de déterminer la structure atomique du motif.

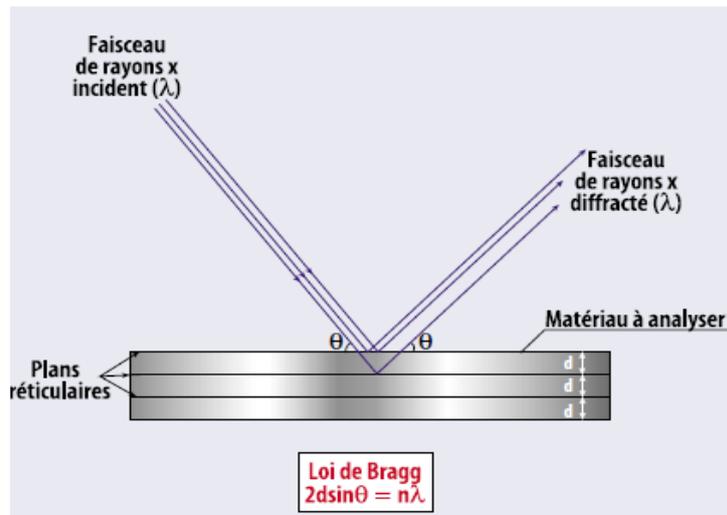


Figure II-1 : Réflexion des rayons X entre deux plans réticulaires [1]

Les diffractogrammes ainsi obtenus, à l'aide d'un diffractomètre à rayons X, sont interprétés. Les positions et les intensités des pics observés sont comparés aux fichiers de référence *PDF-ICDD* (Powder Diffraction File - International Center for Diffraction Data) pour l'identification des phases minéralogiques présentes. Et éventuellement l'utilisation de *RIR* (Reference Intensity Ratio) inclus dans le logiciel *HighScore Plus* du fichier PDF-ICDD permet l'estimation semi quantitative des phases correspondantes détectées quand celle-ci est requise et/ou possible [2].

II-4-1-3) Conditions d'analyse:

Nos mesures ont été effectuées sur un diffractomètre D8- Advance, Bruker-Siemant de type Philips P analytique (figure II-2). Les rayons X incidents proviennent de l'émission K_{α} d'une anticathode du cuivre, de longueur d'onde $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ filtrée par un monochromateur en graphite fonctionnant sous 45 kV – 40 mA.

- Logiciel pour l'acquisition des données: *Data Collector de PANalytical*
- Logiciel pour traitement des données: *HighScore Plus de PANalytical*

- Angle de départ [$^{\circ}2\text{Th.}$]: 2,0000
- Angle final [$^{\circ}2\text{Th.}$] : 70,0000 roche totale et 35,0000 pour les argiles orientées
- Taille du pas [$^{\circ}2\text{Th.}$]: 0,0170
- Temps du pas [s]: 87,2256



Figure II-2 : DRX de type PANALYTICAL XDR. X Pert PRO

L'analyse par la diffraction des rayons X permet, ainsi de fournir l'identité et la proportion des composants cristallisés d'un échantillon donné. Elle nécessite que le solide étudié, soit bien cristallisé et possède au moins une raie de diffraction fine et suffisamment intense à un angle de diffraction élevé, où l'on sait que la précision de la mesure est meilleure qu'aux angles plus faibles [2].

II-5) Caractérisation par la Spectrométrie de fluorescence X :

La fluorescence X est une propriété spectrale des atomes exploitée couramment en analyse pour obtenir des renseignements qualitatifs ou quantitatifs sur la composition élémentaire de toutes sortes de mélanges. Le principe consiste à irradier l'échantillon soit par un faisceau de rayons X, soit par bombardement avec des particules, généralement des électrons ayant suffisamment d'énergie, pour que les atomes ainsi ionisés émettent un rayonnement de fluorescence également dans le domaine des rayons X. Le caractère universel du phénomène et la possibilité de faire un examen rapide sur des échantillons, restés le plus souvent dans leur état d'origine, explique le succès de cette méthode d'analyse non destructive [3].

Il existe un large choix d'analyseurs par fluorescence X, soit dédiés soit polyvalents, allant des appareils mobiles et peu encombrants, jusqu'aux spectromètres très performants, en

passant par les sondes à rayons X adaptées aux microscopes électroniques à balayage pour faire des analyses ponctuelles ou de véritables cartographies élémentaires.

II-5-1) Principes de base :

Quand on irradie avec des photons ou qu'on bombarde avec des particules de grande énergie (entre 5 et 100 keV) un matériau servant de cible, celui-ci émet une fluorescence située dans le domaine des rayons X (figure II-3). Le spectre de cette photoluminescence comporte des radiations dont les longueurs d'ondes sont caractéristiques des atomes de ce matériau.

Les modes d'excitation pour provoquer ce qu'on nomme la fluorescence X des atomes sont nombreux : photons ou particules (électrons rapides, protons, rayonnement α ...). Quelle que soit la méthode choisie, le rayonnement produit conduit néanmoins à des spectres faisant apparaître les mêmes radiations de fluorescence X.

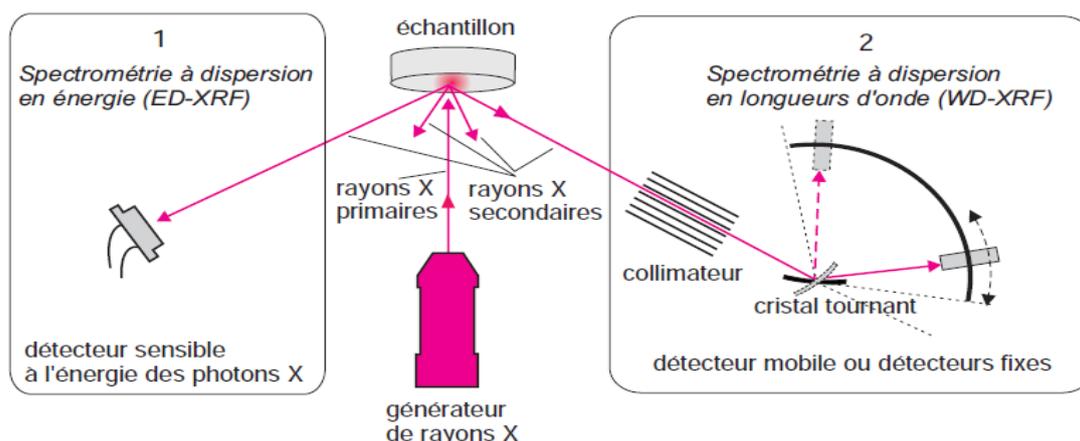


Figure II-3 : Fluorescence X. [4]

L'application en analyse chimique est évidente : elle consiste à comparer le spectre de fluorescence X émis par l'échantillon inconnu à des spectres de références dont les compositions sont connues ou à des spectres d'éléments purs allant du bore ($Z = 5$) à l'uranium ($Z = 92$).

II-5-2) Principe d'analyse :

L'échantillon séché réduit en poudre, est mélangé à du tétraborate de lithium, puis fondu à 1200°C afin d'obtenir un verre transparent homogène (perle boratée) qui sera utilisé pour l'analyse des éléments majeurs. En ce qui concerne l'analyse des traces, l'échantillon est mélangé à un liant pour subir un pressage et obtenir une pastille. Cette dernière est soumise à une source de rayonnement X primaire. Il s'ensuit une excitation des atomes qui vont émettre

un rayonnement X secondaire de fluorescence caractéristique de la composition chimique de l'échantillon à analyser.



Figure II-4 : Fluorescence X de type S8 TIGER BRUKER

II-5-3) Conditions d'analyse :

- Spectromètres séquentiels (à dispersion de longueur d'onde) Bruker-Axs: S8 TIGER. Anode en rhodium.

- Logiciels pour le traitement des données : Spectra plus.

La concentration d'un échantillon inconnu est déterminée par des courbes d'étalonnage qui sont tracées pour chaque élément après avoir fixé tous les paramètres de mesure (cristal analyseur, collimateur, la longueur d'onde d'émission, le temps de mesure et le détecteur).

II-6) Caractérisation par la résistance mécanique :

Nos éprouvettes ont été testées par un appareil de marque TLS Techlab système (figure II-4)

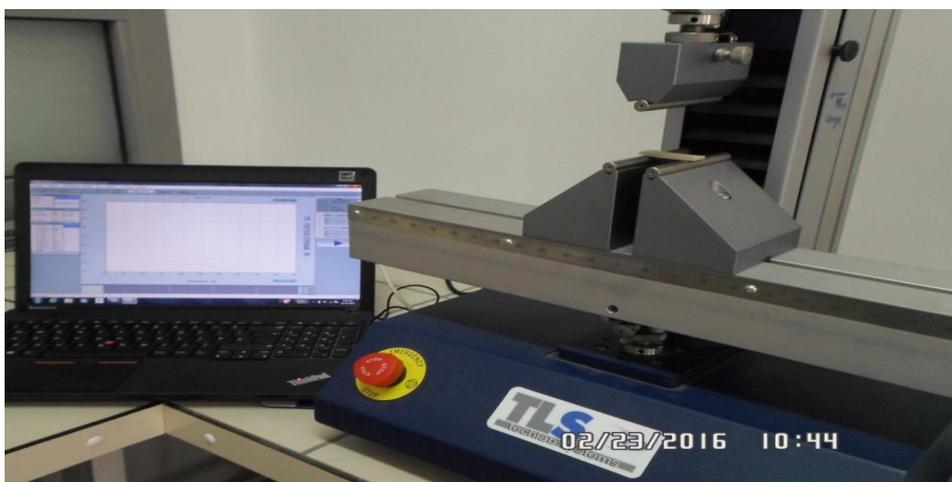


Figure II-4 : Appareil de résistance à la flexion à trois points

II-7) Le taux d'humidité (Teneur en eau) :

C'est la quantité d'eau contenue dans les échantillons exprimée en pourcentage.

II-7-1) Mode opératoire :

Le taux d'humidité est déterminé par dessiccation dans une étuve maintenue à 105°C jusqu'à ce que le poids devienne constant. La différence de poids correspond au taux d'humidité et le résidu représente la teneur en matière sèche de l'échantillon (siccité) .

Pour déterminer le taux d'humidité, une prise d'échantillon d'une masse de 5 g, soit M_0 à l'aide d'une balance de marque OHAUS de type AR124CN avec précision de 0.0001 g, est versée dans un creuset en porcelaine préalablement sec et taré P_0 , ensuite l'ensemble ($M_0+P_0 = P_1$) est placé dans une étuve de marque BINDER à 105°C jusqu'à l'obtention d'un poids constant. La capsule est pesée après refroidissement dans un dessiccateur soit le poids obtenu est P_2 . Le taux d'humidité est calculé selon l'expression suivante :

$$\text{Taux d'humidité} = \frac{(P_1 - P_0) - (P_2 - P_0)}{(P_1 - P_0)} \times 100(\%) \quad \text{Equation(2)}$$

Avec;

- P_0 : poids de la capsule vide ;
- P_1 : poids de la capsule + poids des boues ;
- P_2 : poids de la capsule + poids des boues après séchage à l'étuve à 105°C pendant 2h .

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] N. Broll, « *Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X* », *Technique de l'ingénieur P1080*, 1996.
- [2] L. Antoni et A. Galerie, « *Corrosion sèche des métaux-Méthodes d'étude* », *Technique de l'ingénieur M4220*, 2003.
- [3] *Livret de renseignements sur la certification et la préparation relatives aux évaluations de RNCan – Opérateur d'analyseurs portatifs à fluorescence X -Version 3 - Révisé 17 Décembre 2010.*
- [4] Francis Rouessac et Annick Rouessac (ANALYSE CHIMIQUE) *Méthodes et techniques instrumentales modernes 6^{ème} édition DUNOD, Paris, 2004*

Chapitre III

*Résultats
et
discussions*

Ce chapitre est consacré à l'interprétation des principaux résultats obtenus par les différentes techniques d'analyses des matières premières utilisées dans la fabrication des carreaux de faïence en valorisant les boues issues du traitement des eaux urbaine de OUED-HOUSS.

III-1) Caractérisation des matières premières utilisées :

Pour la fabrication de nouveaux carreaux de faïence, nous avons utilisé le Kaolin brut, le sable de Boussaâda et la cendre issue de la calcination des boues de OUED HOUSS, comme matières premières. Ces matières ont été soumises à des analyses physicochimique (spectroscopie de la fluorescence X et diffraction des rayons X), dans le but de voir leur composition chimique et leur phases minéralogique.

III-1-1) Le Kaolin brut :

Le Kaolin utilisé dans cette étude à été extrait du gisement de la région d'el-MILIA de la willaya de Jijel (nord-est de l'Algérie), elle nous a été fournie par l'entreprise de l'ENOF ELHARACHE sous forme de petits morceaux. Cette argile à été broyée puis tamisée dans un tamis de $75\mu m$.



Figure (III-1) : Images représentative des étapes d'obtention d'une poudre de Kaolin brute

III-1-1-1) Caractérisation du kaolin brut par la spectroscopie de fluorescence X :

La composition chimique de la poudre de kaolin brut obtenue précédemment par broyage et tamisage, à été déterminé à l'aide une analyse par la spectroscopie de fluorescence X en utilisant un spectroscope de type S8 TIGER BRUKER , les résultats obtenus montrent que la composition principale pour cette argile est celle de silicate et d'alumine . Ces résultats confirmer le caractère de l'aluminosilicate des argiles. Notons ici que la proportion qui n'est pas détectée par cette analyse est celle des éléments de trace qui peuvent être détectés par une analyse de l'absorption atomique (SAA).

III-1-1-2) Caractérisation du kaolin brut par la DRX :

La Diffraction des rayons X permet d'identifier les différentes phases minéralogiques par comparaison avec les données disponibles dans la littérature [1]. Cette dernière nous ont permis d'indexer les principaux pics de diffraction associés aux différentes phases minéralogiques présentes dans le Kaolin brut. En effet, cette analyse montre l'existence de différentes phases minéralogiques dont la phase majoritaire et celle du quartz et la Kaolinite.

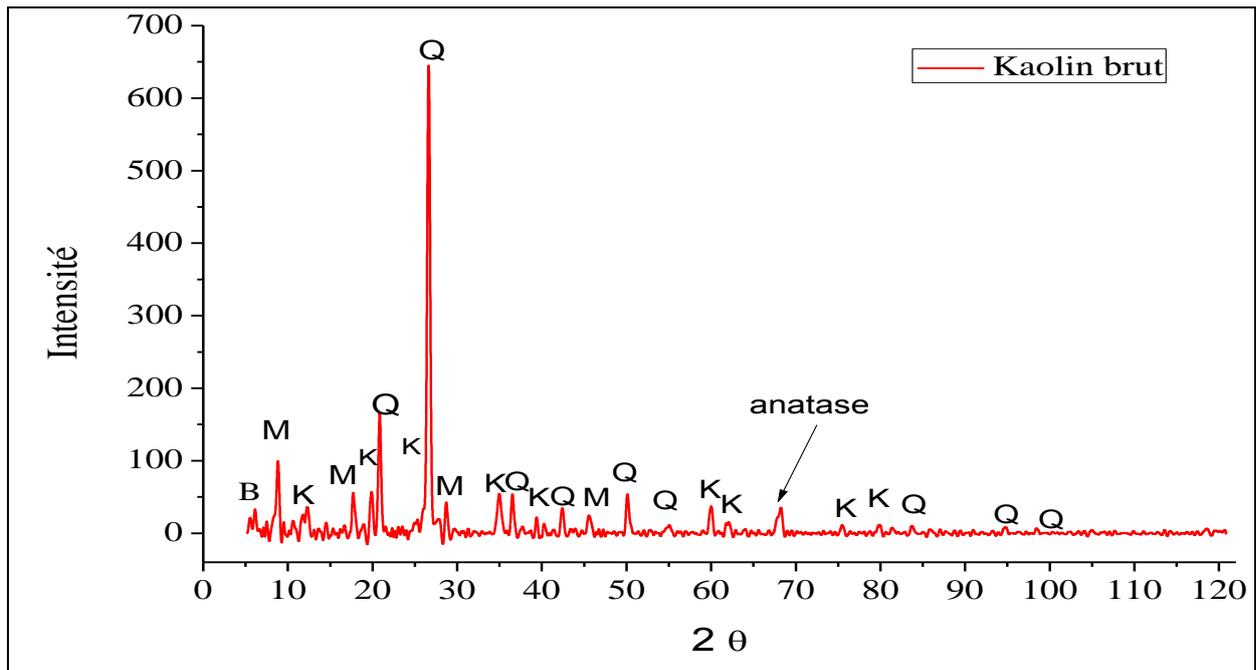


Figure (III-2): spectre de DRX de Kaolin et celle traitée et calcinée

III-1-2) Le sable de Boussaâda :

Dans le but d'avoir des résultats meilleurs pour cette étude, le sable de BOUSSAADA fourni sous forme de grains a été broyé à l'aide d'une moulin à café puis tamisé dans un tamis de $75\mu\text{m}$. Les procédures expérimentales suivies dans ce traitement sont les suivantes:

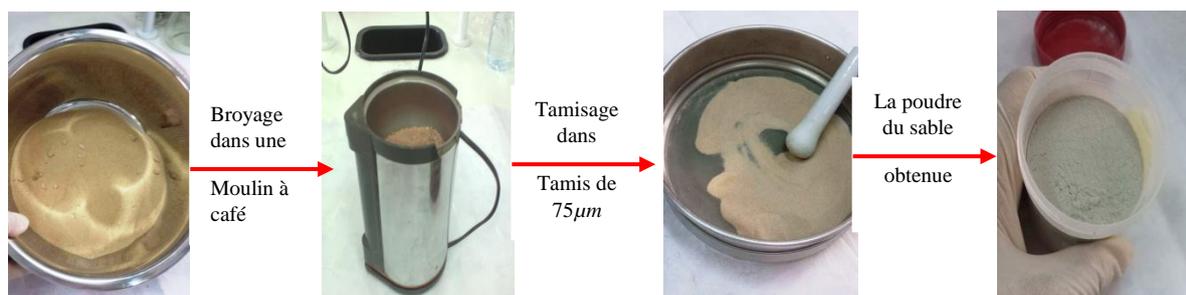


Figure (III-3) : Images représentative des étapes d'obtention d'une poudre du sable

III-1-2-1) Caractérisation du sable par spectroscopie de fluorescence X :

Les résultats de l'analyse du sable par la spectroscopie de fluorescence X montre que la composition principale de ceci est celle de silice.

III-1-2-2) Caractérisation du sable par diffraction de rayon X (DRX) :

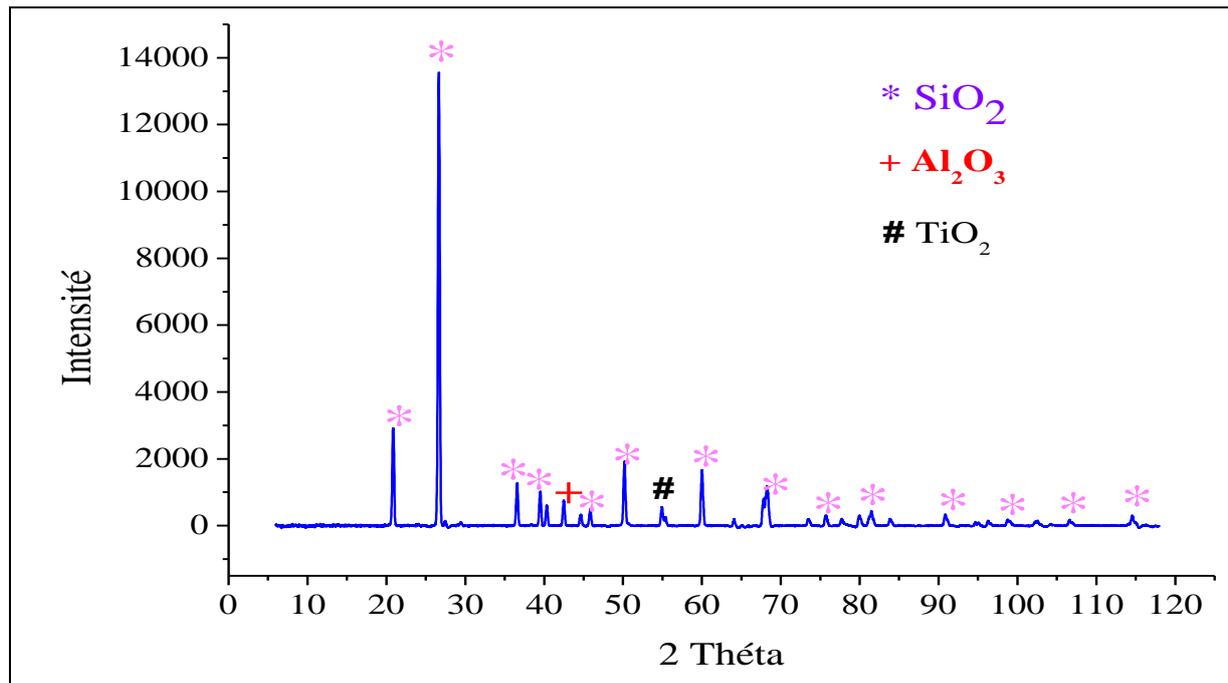


Figure (III-4): *spectre de DRX du sable de BOUSSAADA*

Le spectre de DRX de ce sable montre l'existence de trois phases, le quartz (**Q**) (SiO_2), l'alumine (Al_2O_3) et l'anatase (TiO_2) dont la phase majoritaire et celle du quartz. Ces phases détectées confirment la composition chimique obtenue par la fluorescence X du tableau précédent.

III-1-3) La cendre des boues :

III-1-3-1) Echantillonnage, incinération des boues et leur broyage :

Les boues issues du lit du séchage de la STEP de Oued Houss, ont été incinérées à 800°C puis broyées et tamisées dans un tamis de $75\ \mu\text{m}$. La figure ci-dessous montre les étapes d'obtention de cette poudre ainsi que sa forme et sa couleur.



Figure (III-5) : Image représentative des étapes d'obtention d'une poudre des boues à partir des boues de la STEP de Bouira

III-1-3-2) Caractérisation de la cendre des Boues par spectroscopie de fluorescence X :

La composition chimique de la cendre issue de la calcination des boues de la STEP, à été déterminée par la spectroscopie de fluorescence X en utilisant un spectromètre de type S8 TIGER BRUKER. Les résultats obtenus mettent en évidence les éléments majeurs présents dans les résidus d'incinération des boues (cendres), et qui sont exprimés en oxydes, sont essentiellement de la silice, l'alumine et l'oxyde de calcium.. Ces résultats sont presque analogues à la composition chimique obtenue dans un travail de recherche réalisé sur l'argile de la gare d'Aomar [2]. De plus ; les alcalis montrent des teneurs varient entre 0,45 et 1,5% pour Na_2O et entre 3,3 et 4,85% pour le K_2O dont ces teneurs sont comprises dans les limites admissibles que doivent présenter une argile destinée à l'industrie céramique [3].

Le tableau précédent montre aussi que la poudre issue de la calcination des boues est riche en oxyde du fer Fe_2O_3 qui varie entre 7 et 8,9. Ce taux n'est pas le seul qui va influencer sur la coloration du carreau cuit mais le CaO , MgO et TiO_2 ont une influence sur la coloration du produit fini [4].

III-1-3-3) Caractérisation de la boue par DRX :

Le résultat obtenu de l'analyse par la DRX pour la cendre issue de l'incinération des boues à 800°C montre qu'elle est composée principalement par la Calcite , le Quartz (SiO_2), l'illite , l'Hydroxyapatite , l'Augite ,et la Dolomite , la Forsterite , et la Barite (BaSO_4), il est bien clair que ces phases identifiées ont bien été cristallisées à 800°C (voir la figure ci-dessous)

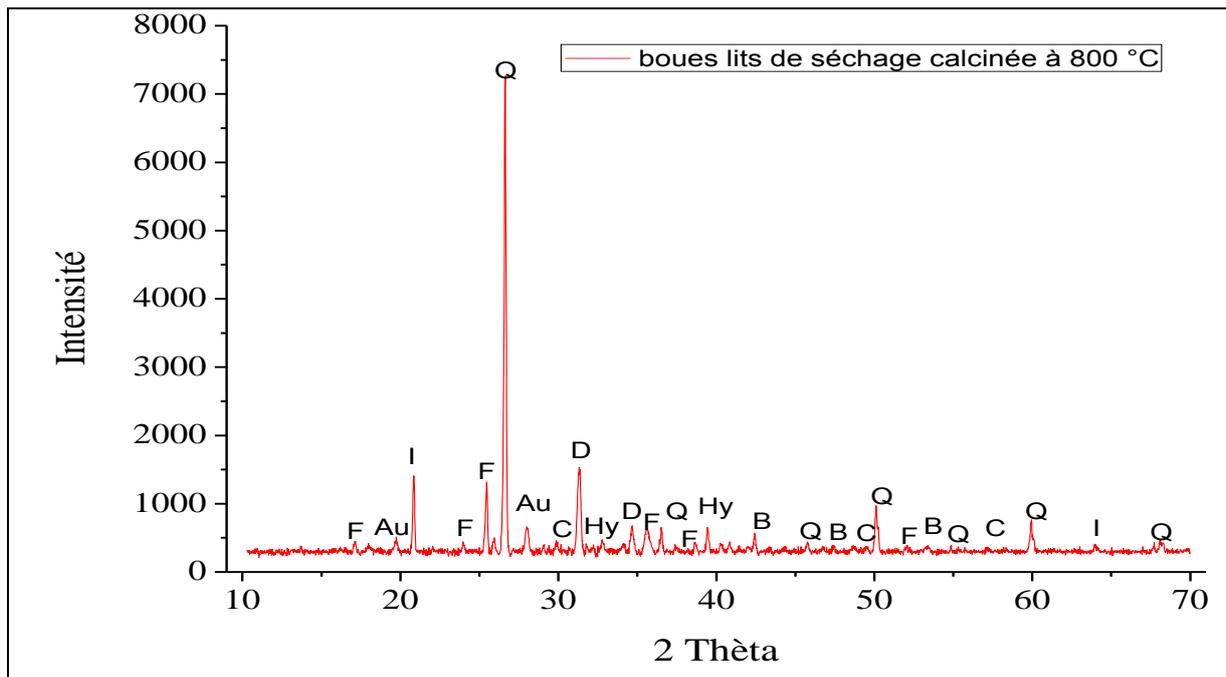


Figure (III-6): Spectre de DRX des boues du lit de séchage incinérée à 800°C

Les résultats des analyses précédentes montrent que la composition chimique de ces matières premières est composée principalement par des oxydes métalliques à différentes proportions dont la constitution majoritaire est celle de SiO_2 qui représentent plus de 70% de la composition totale de ces dernières. En effet ; ces résultats sont comparables à celles des matières premières utilisées dans la fabrication des produits de terre cuite dans les différents pays européens [5].

Les résultats des analyses minéralogiques obtenus par la diffraction des rayons X, montrent la prédominance du quartz pour chaque matière première. Ce résultat est conforme aux analyses chimiques obtenues par la fluorescence X. On peut déduire que nos matières premières sont semblables aux mélanges rencontrés en céramique traditionnelle et moderne où le quartz est souvent ajouté aux minéraux argileux d'où elles présentent un grand intérêt dans la fabrication des matériaux céramiques.

De plus, d'après les résultats des analyses de la cendre issue des boues calcinées à 800°C, il est possible de réaliser des essais de fabrication des carreaux de faïence en remplaçant l'argile de la gare d'Aomar utilisée dans la fabrication de ces carreaux dans l'unité S.A.R de la gare Aomar par la cendre des boues calcinées à 800°C.

III-2) Préparation de la barbotine destinée à la fabrication des carreaux de faïence:

Pour la préparation de la barbotine destinée à la fabrication des carreaux de faïence, nous avons utilisé les mêmes proportions des matières premières (Boue, Kaolin, Sable et tripolyphosphate), que celles utilisées dans la fabrication des carreaux de faïence dans l'unité S.A.R d'Aomar en remplaçant l'argile d'Aomar par la cendre des boues calcinées à 800°C. Notons ici que les proportions utilisées dans cette unité sont celles de 35,8% d'argile d'Aomar, 20% de Kaolin, 3,6 % du sable, 0,6% de tripolyphosphate et 40% d'eau.

Dans notre travail, nous avons préparé deux mélanges dont lesquels l'argile de la gare d'Aomar est remplacé une fois par 35,8% de la cendre des boues dans le premier mélange et par 20% de la cendre des boues dans le deuxième mélange, et ceci dans le but de voir est ce que cette dernière peut être remplacée par une grande proportion ou par une petite proportion et qui sera déterminée par une analyse de la résistance mécanique des céramique obtenues.

III-2-1) Préparation de la barbotine du premier mélange:

La barbotine du premier mélange à été réalisée en mélangeant 35,8% de la cendre des boues calcinées à 800°C avec 20% du Kaolin brut extraite du gisement de la région d'el-MILIA de la willaya de Jijel (nord-est de l'Algérie) et 3,6% du sable de Boussaâda, à ce mélange est ajouté 40% d'eau et 0,6% de defloculant qui permet d'obtenir une masse volumique relativement élevée favorable à une grande homogénéité du mélange et une grande aptitude au pressage de la masse. Le mélange est porté sous agitation pendant deux heures puis séché dans une étuve jusqu'à ce qu'on obtient une humidité de 10%.

III-2-2) Préparation de la barbotine du deuxième mélange:

La barbotine du deuxième mélange à été préparé de la même façon que le premier mélange mais cette fois ci, nous avons mélangé 20% de la cendre issue de la calcination des boues à 800°C avec 35,8% du Kaolin brut et 3,6% du sable ainsi que 40% d'eau et 0,6% de defloculant. Les images ci-dessous illustres les procédures de cette préparation.



Figure (III-7) : Etapes représentatives des barbotines préparées et destinées à la fabrication de carreaux de faïence

Après séchage à 110°C des deux échantillons jusqu'à un taux d'humidité égale à 10% calculé par l'équation (I) cité dans le Chapitre II, ces derniers ont été homogénéisés et tamisés avec un tamis de 75 μ m puis stockés au repos pendant 24h.

Après repos, nous avons élaboré des éprouvettes rectangulaires pour chaque mélange par pressage de façonnage à 250 bars à l'aide d'une presse puis séchées à l'air libre pendant 24h. Ces éprouvettes ont été frittées à différentes températures dans le but de déterminer la meilleure température du frittage pour la fabrication des carreaux de faïence ainsi que le meilleur mélange qui répond aux normes européennes de point de vue résistance mécanique à (la flexion et retraits de cuisson). Notons ici que ces deux derniers paramètres ont été calculés selon la norme (EN100, 1982) [6].

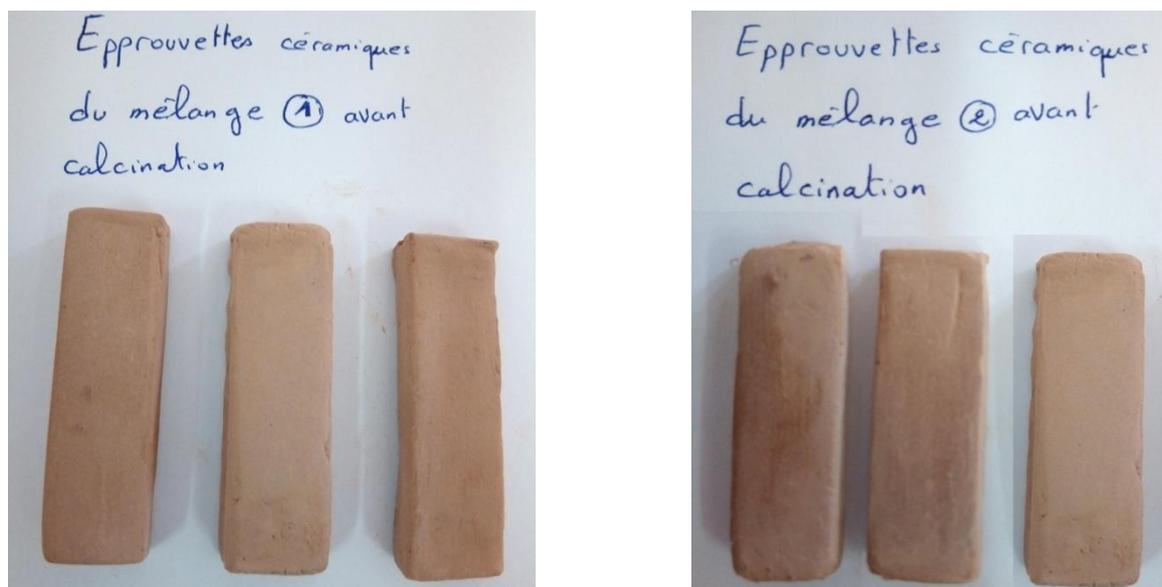


Figure (III-8) : Images représentatives des éprouvettes céramiques élaborées pour les deux mélanges

III-3) Détermination de la meilleure température du frittage des céramiques élaborés :

La détermination de la meilleure température du frittage des éprouvettes céramiques élaborés pour chaque mélange à été réalisée par frittage de ces dernières dans un four à différentes températures soient : à 900°C, à 1000°C et à 1100°C pendant 4 heures. La figure (III-9) montre le programme thermique suivi.

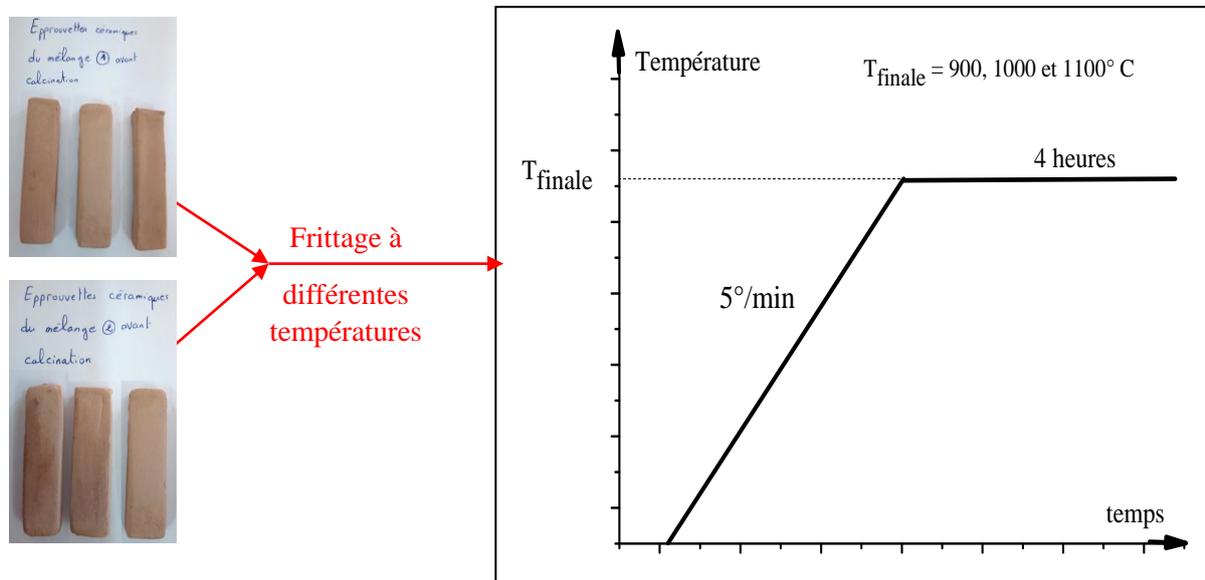


Figure (III-9) : le programme thermique du frittage des éprouvettes rectangulaires

Les éprouvettes précédentes frittées à différentes températures ont été observées à l'œil nue, dont la couleur de ces dernières est devenue rouge brique, ceci est due à la présence du Fe_2O_3 et du TiO_2 [5]. Les images ci-dessous montrent la couleur obtenue pour chaque éprouvette.

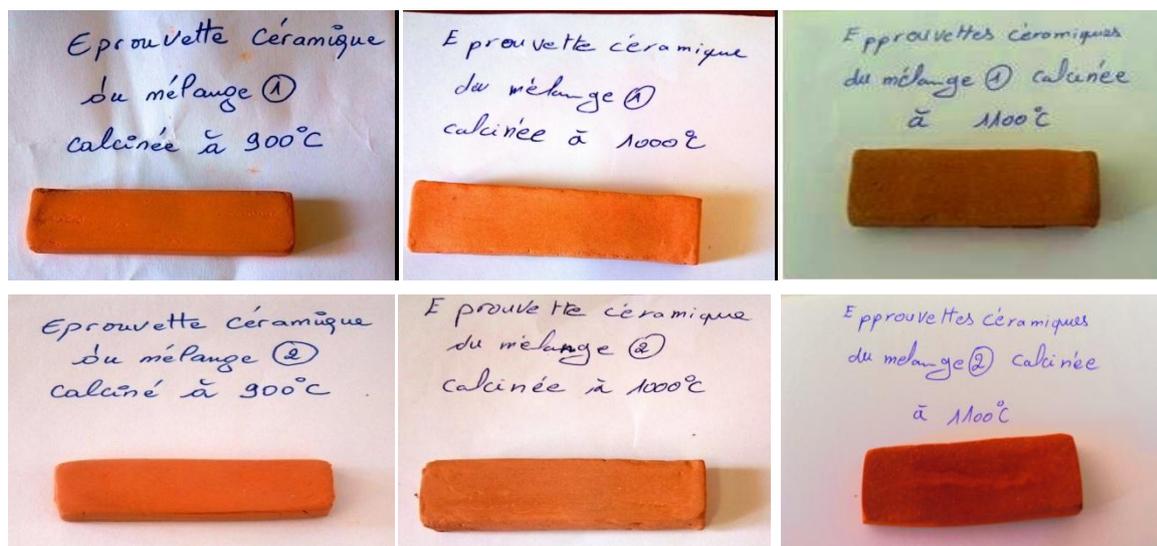


Figure (III-10) : Images représentatives des éprouvettes après frittage

III-3-1) Calcul du retrait de volume et mesure de la résistance mécanique :

Après frittage nous avons calculé le pourcentage du retrait du volume pour chaque éprouvette céramique, ainsi que la résistance mécanique à la flexion de chacune d'elle, les tableaux ci- dessous regroupent les résultats obtenus.

III-3-1-1) Pour le premier mélange :

Tableau (III-4) : Résultats de mesure de la résistance mécanique et calcul du retrait de volume pour le premier mélange

	Eprouvettes avant calcination	Eprouvettes après calcination	Retrait du volume (%)	Résistance à la flexion
Eprouvette calciné à 900°C	largeur = 1,7 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_1 = 8,16 \text{ cm}^3$	largeur = 1,68 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_2 = 8,05 \text{ cm}^3$	Retrait= $(V_1 - V_2)/V_1 * 100$ =1.34%	12,3 N/mm ²
Eprouvette calciné à 1000°C	largeur = 1,7 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_1 = 8,16 \text{ cm}^3$	largeur = 1,66 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_2 = 7,97 \text{ cm}^3$	Retrait= $(V_1 - V_2)/V_1 * 100$ =2.32%	18,2 N/mm ²
Eprouvette calciné à 1100°C	largeur = 1,7 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_1 = 8,16 \text{ cm}^3$	largeur = 1,68 cm épaisseur = 0,75 cm longeur = 6 cm $V_2 = 7,56 \text{ cm}^3$	Retrait= $(V_1 - V_2)/V_1 * 100$ =7,3%	22, 5 N/mm ²

III-3-1-2) Pour le deuxième mélange :

Tableau (III-5) : Résultats de mesure de la résistance mécanique et calcul de retrait du volume pour le deuxième mélange

	Eprouvettes avant calcination	Eprouvettes après calcination	Retrait du volume (%)	Résistance à la flexion
Eprouvette calciné à 900°C	largeur = 1,7 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_1 = 8,16 \text{ cm}^3$	largeur = 1,69 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_2 = 8,11 \text{ cm}^3$	Retrait= $(V_1 - V_2)/V_1 * 100$ =0,62%	15.75 N/mm ²
Eprouvette calciné à 1000°C	largeur = 1,7 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_1 = 8,16 \text{ cm}^3$	largeur = 1,68 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_2 = 8,06 \text{ cm}^3$	Retrait= $(V_1 - V_2)/V_1 * 100$ =1,22%	25.02 N/mm ²
Eprouvette calciné à 1100°C	largeur = 1,7 cm épaisseur = 0,8 cm longeur = 6 cm $V_1 = 8,16 \text{ cm}^3$	largeur = 1,68 cm épaisseur = 0,78 cm longeur = 6 cm $V_2 = 7,86 \text{ cm}^3$	Retrait= $(V_1 - V_2)/V_1 * 100$ =3,6%	28,3 N/mm ²

D'après les résultats de ces deux tableaux, on constate que les retraits de cuisson du deuxième mélange sont conformes à la Norme Européenne EN159 qui affirme que pour fabriquer des carreaux de faïence, il faut que le retrait de la céramique utilisée soit entre 0,60

et 3,72 % [7]. Les variations du retrait de volume de notre deuxième mélange est de 0,62 à 3,6% entre 900 et 1100°C, par contre pour le premier mélange, il est de 1.34 à 7.3% ce qui n'est pas normale par rapport à cette norme. De plus ; le retrait augmente avec l'augmentation de la température du frittage des éprouvettes étudiés, et par conséquent, la diminution du volume du matériel est généralement due à la disparition progressive de la porosité engendré entre les particules du diamètre inférieur à $75\mu m$.

La détermination de la résistance mécanique à la flexion faite selon la Norme Européenne EN100 [6], a donné des valeurs proches de $24,46 \text{ N/mm}^2$ à 1000°C pour le deuxième mélange, déjà au-delà de la valeur requise qui est de 15 N/mm^2 , la résistance mécanique à la flexion augmente avec la vitrification, jusqu'à un certain point où elle est trop élevée et le matériel devient cassant [8], pour l'échantillon cuit même à 900°C, il possède une résistance un peu plus élevée à la norme.

D'après cette étude, on constate que le deuxième mélange peut être destiné à la fabrication d'un carreau de faïence par pressage à une pression de 250 bars, à cause de son retrait du volume qui répond aux normes Européenne EN159 ainsi que sa résistance mécanique qui est élevée.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES:

- [1]. A. Harabi, A.Guechi, S.Condon (*production of supports and filtration membranes from algerian kaolin and limestone*) *procedia engineering* 33 (2012) 220-224
- [2] A.BESTANI, B. Rachid, A. Boualem (*Valorisation de l'argile de la région d'Aomar (Bouira) dans la filtration des eaux usées industriels sur des membranes tubulaires*) *mémoire de Master à l'université de BOUIRA 2015/2016*
- [3] El Yakoubi N, Aberkan M, Ouadia M, (*potentialité d'utilisation d'argile marocaines de Jbel Kharrou dans l'industrie céramique*) *338 Géomatériaux*, 693-702 (2006)
- [4] Monterio S, Vieira C (*influence of firing temperature on the ceramic properties of clays from campos dos Goytacazes. Brazil, 27, Applied Clay Science*, 229-234 (2004)
- [5] H. Baccour Zghal, M. Medhioub et T. Mhiri (*caractérisation physicochimique et mécanique de matériaux céramiques obtenus à partir des argiles tunisiennes*) *Verres, Céramiques et Composites, Vol.1, N°2 (2011)*, 25-33.
- [6] AFNOR EN 100, *Carreaux et dalles céramiques, Détermination de la résistance à la flexion* p 7 (1982).
- [7] AFNOR NORME Française N. F.EN.159 :*Carreaux et dalles céramiques pressés à sec à absorption d'eau E > 10%, groupe BIII. pp8 (1991)*
- [8] William D.Callister, *Science et Génie des matériaux*, 4, 336, 5e édition, Dunod, Canada, (2001).

Conclusion

CONCLUSION GENERALE

Au cours de ce travail, nous avons réussi à valoriser la poudre issue de la calcination des boues de la station d'épuration de OUED HOUSS (BOUIRA) dans l'élaboration des matériaux céramiques qui peuvent être classés dans le domaine de la faïencerie puisqu'ils répondent aux normes internationales de point de vue résistance mécanique et de point de vue de leur faible retrait de volume au cours du frittage à haute température. De plus:

- L'analyse par la fluorescence X, montre que la composition chimique de nos matières premières est composée principalement par des oxydes métalliques à différentes proportions dont la constitution majoritaire est celle de SiO_2 et Al_2O_3 qui représentent plus de 70% de la composition totale de ces dernières. Egalement ; cette analyse a montré que la composition chimique de la cendre issue de la calcination des boues à 800°C est similaire à celle des argiles. Cette dernière est composée principalement de différents oxydes métalliques.
- Les résultats de l'analyse minéralogique obtenu par la diffraction des rayons X, montrent la prédominance du quartz pour chaque matière première. Ce résultat est conforme aux analyses chimiques obtenues par la fluorescence X.
- le test de résistance mécanique et le calcul du retrait de volume pour chaque matériau obtenus à différentes températures, sont des techniques qui nous ont permis de sélectionner le meilleur mélange ainsi que la meilleure température de frittage. En effet, le test de résistance mécanique a montré que la résistance des éprouvettes augmente avec l'augmentation de la température du frittage.

Et en fin ; cette étude a montré que la cendre issue des boues calcinées à 800°C , peut être destinée à la réalisation des essais de fabrication des carreaux de

Conclusion Générale

faïence en remplaçant l'argile de la gare d'Aomar utilisée dans la fabrication de ces carreaux dans l'unité S.A.R de la gare Aomar.

Les perspectives

Puisque nos matériaux élaborés n'ont pas été classés selon la classification de la norme EN.159, on se propose d'étudier l'absorption de l'eau pour ces dernières pour pouvoir déduire le groupe de leur classification (B1, B2a, B2b et B3).