

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ CHADLI BENDJEDID - EL TARF



جامعة الشاذلي بن جديد - الطارف

FACULTÉ DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE

MÉMOIRE DE MASTER

DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIÈRE

FILIÈRE : Physique

OPTION : Physique des Matériaux

Thème

Élaboration et Caractérisation d'un Matériau a Base de l'Argile.

Présentée par :
Melle KHIARI Chaima

Dirigé par :
Dr.ADJMI Samah

Jury de soutenance :

Khiari Saidi	Président	Pr	Université - El Tarf
Adjmi Samah	Rapporteur	M.C.B	Université -El Tarf
Boutarfa Hayette	Examinatrice	M.C.B	Université -El Tarf

Année Universitaire : 2020/2021

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

**A mon père.*

**A ma mère.*

**A mon frère.*

** A tout ma famille.*

**A tous mes amis.*

chaima

REMERCIEMENT

Avant tout, Je remercie le bon dieu ALLAH qui est toujours présent avec moi, et m'avoir donné la volonté, la force et la patience pour réaliser ce travail dans des meilleures circonstances et en bon état.

Par ces quelques lignes, je tiens à remercier toutes les personnes qui ont participé de près et de loin au bon déroulement de cet mémoire.

Je tiens avant tout à remercier du fond du cœur Madame **Dr. ADJMI Samah**, Maître de Conférences à l'université d'El Tarf, pour m'avoir proposée le thème de master et pour m'avoir dirigée ce mémoire

Je tiens à remercier vivement Monsieur **KHIARI Saidi** Professeur à l'université d'El Tarf qui m'a fait l'honneur de présider ce jury, qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

Mes remerciements s'adressent également à Madame **BOUTARFA Hayette**, Maître de Conférences à l'université d'El Tarf pour avoir accepté de faire partie du jury de ce mémoire.

Enfin, je voudrais remercier ma famille et surtout mes parents pour leur soutien moral et financier durant ces années d'étude. Que ce travail rend hommage à leur dévouement et à leur affection.

RESUME

Notre étude a porté sur l'étude de caractérisation par diffraction des rayons X de l'argile. A cet effet, deux échantillons ont été préparés à savoir l'argile marron et l'argile blanche. Ces échantillons sont extraits de la région de Sglèbe à Souarekh de la wilaya d'el Tarf, elles ont subi à des étapes de préparations tels que la purification, le séchage, le broyage manuel et enfin le broyage à l'aide d'un broyeur planétaire de type PM 400 pendant une heure. L'analyse des résultats de caractérisation par la diffraction des rayons X ont montré principalement la présence de deux éléments condensés aluminium et silicium dans les échantillons.

Mots clés : Argile, DRX, Broyeur, Caractérisation.

ABSTRACT

Our study was based on the x-ray diffraction characterization of clay. For this purpose, two samples were prepared, namely brown clay and white clay. These samples are extracted from a region of Seglebe in Souarekh, El Tarf; they have undergone preparation stages such as purification, manual drying and finally grinder of planetary Mill the PM400 type during one hour. The analysis of the x-ray characterization results mainly showed the presence of two condensed elements aluminum and silicon in the samples.

Keywords : Clay, DRX, Characterization,

ملخص

ركزت دراستنا على دراسة خصائص الطين وذلك باستخدام الأشعة السينية. لهذا الغرض تم تحضير عينتين من الطين هما البني ولأبيض؛ هذان الأخيرتين تم استخراجهما من منطقة سقلاب في السوايرخ بولاية الطارف. خضعت العينتين خطوات تحضير كالتنقية، التجفيف والطحن اليدوي وأخيرا الطحن باستخدام مطحنة بلانتر PM400 لمدة ساعة واحدة. أظهرت النتائج بالأشعة السينية DRX وجود عنصرين مكثفين من الألمنيوم والسليسيوم في العينتين.

كلمات مفتاحية الطين، مطحنة، دراسة خصائص.

SOMMAIRE

SOMMAIRE	I
LISTE DES FIGURES	III
LISTE DES TABLEAU	V
INTRODUCTION GENERALE	01
CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
Partie I : Matériaux de Construction Naturelle	
I.1. CLASSIFICATION DES MATERIAUX DE CONSTRUCTION	02
I.1.1 Classification scientifique	02
I.1.2 Matériaux de base et produits	02
I.1.3 Classification pratique	02
I.2. PROPRIETES DE MATERIAUX	03
Partie II : Les Argiles	
I.3 GENERALITE	04
I.4 FORMATION DES ARGILES	04
I.5. STRUCTURE D'UNE ARGILE	05
I.6. CLASSIFICATION DES MINERAUX ARGILEUX	07
I.7. LES PRINCIPALES FAMILLES STRUCTURELLES	09
I.8. CONCLUSION	10
CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION	
II-1. BROYAGE A HAUTE ENERGIE	11
II-2. PARAMETRES DE BROYAGE	12
II.2.1. Le degré de remplissage	12
II.2.2. L'atmosphère	12
II.2.3. Temps de broyage	12
II.2.4. Broyage continu ou séquentiel	12
II.2.5. La température	12
II.2.6. Les différents types de broyeurs	13
II.2.6.1. Broyeur de type attriteur	13
II.2.6.2. Les broyeurs à vibrations	13
II.2.6.3. Broyeur horizontal	14

II.2.6.4. Broyeur Planétaire	14
II.2.6.4.1 Principe de fonctionnement	15
II.2.6.4.2. Avantages du broyeur	16
II.2.6.4.3. Différentes étapes pour broyer un matériau	16
II.3. LA DIFFRACTION DES RAYONS X	17
II.3.1 Définition	17
II.3.2 Principe de fonctionnement d'une diffraction des rayons X	18
II.3.3 Relation de Bragg	19
II.3.4. Calcul de la taille des grains	19
II.3.5. Applications de DRX	20
II.4. CONCLUSION	20
CHAPITRE II : TECHNIQUE DE CARACTERISATION	
III.1. PREPARATION DE L'ECHANTILLON	21
III.2. DIFFRACTION DES RAYONS X	24
III.2.1. Spectre de l'Argile Marron	24
III.2.2. Spectre de l'Argile Blanche	26
CONCLUSION GENERALE	28
REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE	29

LISTE DES FIGURES

<i>Figure</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
<i>Chapitre I</i>		
Figure I.1	Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaire dans une argile (cas d'une smectite)	05
Figure I.2	Représentation schématique de la couche octaédrique	06
Figure I.3	Représentation schématique de la couche tétraédrique	06
Figure I.4	Plans anioniques (O²⁻, OH⁻) de la charpente d'un feuillet selon les références la coordinence de ces groupes est de 4 dans le plan A et de 6 dans les plans B et C	07
Figure I.5	Disposition des éléments dans les couches tétraédrique et octaédrique	08
<i>Chapitre II</i>		
Figure II.1	Distribution de la taille des particules provoquée par la tendance des petites particules à se souder et les grandes particules à se fracturer dans les conditions d'équilibre	11
Figure II.2	Broyeur à Attrition	13
Figure II.3	Broyeurs à Vibratoires : a) Agitateur SPEX, b) Broyeur vibratoire vertical	14
Figure II.4	Broyeur Planétaire : a) Principe de fonctionnement, b) Modèle PM400	15
Figure I.5	Différentes étapes pour broyer un matériau	16
Figure I.6	Diffraction des rayons X	17
Figure I.7	Organisation tri - périodique d'un cristal.	18
Figure I.8	Schéma de diffraction de rayon X par une famille de plan (hkl).	19
<i>Chapitre III</i>		
Figure III.1	Echantillons utilisés dans cette étude de la région de Seglèbe	21

Figure III.2	L'argile après séchage (après 4 jours) : a) L'argile marron, b) L'argile blanche	22
Figure III.3	Le jarre avec les bille	22
Figure III.4	Les échantillon dans le jarre	23
Figure III.5	Broyeur planétaire	23
Figure III.6	Echantillon d'Argile blanche : a) Avant broyage, b) Après broyage	23
Figure III.7	Echantillon d'Argile marron : a) Avant broyage ; b) Après broyage	23
Figure III.8	Appareil de diffraction des rayons X (DRX)	24
Figure III.9	Diffractogramme RX de l'argile marron	24
Figure III.10	Diffractogramme RX de l'argile blanche	26

LISTE DES TABLEAUX

<i>Tableau</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
<i>Chapitre I</i>		
Tableau I.1	Classification des minéraux argileux.	9
<i>Chapitre II</i>		
Tableau II.1	Caractéristiques de performance	16
Tableau II.2	Quelques applications d'un broyeur planétaire	17
<i>Chapitre III</i>		
Tableau III.1	Conditions de Broyage des échantillons	22
Tableau III.2	Les résultats des paramètres cristallins de la phase β	25
Tableau III.3	Les résultats des paramètres cristallins de la phase α	25
Tableau III.4	Les résultats de la taille moyenne de cristallites de la phase β	27
Tableau III.5	Les résultats de la <i>taille</i> moyenne de cristallites de la phase α	27



Introduction générale

Introduction Générale

La construction à l'aide des matériaux naturelle est un moyen le plus durable. Elle favorise les technologies et les méthodes de construction qui peuvent contribuer à réduire considérablement la consommation des ressources et de l'énergie, aussi elle offre une meilleure efficacité énergétique sans provoquer de la pollution ou affecter la santé et les écosystèmes [1].

Les matériaux de construction naturels telle que l'argile sont utilisés depuis très longtemps c'est une matière première utilisée depuis l'antiquité par toutes les civilisations. Elle est nécessaire pour la fabrication des objets de construction utilisés dans la vie quotidienne [2].

Les argiles ont une origine géologique secondaire, elles sont formées par la dégradation des roches volcaniques dues à des phénomènes d'érosion et d'altération chimique sous l'action des agents atmosphériques [3].

L'argile, en tant que roche, est formée d'un mélange de silicates, dites minéraux argileux (kaolinite, montmorillonite), constituée par des substances diverses sous formes de particules où le diamètre est inférieur à $2\mu\text{m}$, telles que : les carbonates, la silice, l'alumine, les sulfures, l'oxyde et l'hydroxyde de fer et l'oxyde de manganèse [4, 5].

On sait que les constituants des argiles de taille nanométrique ne peuvent observés que par diffraction des rayons X, microscopie électronique, spectrométrie infrarouge ou par d'autres méthodes plus spécifiques ; dans notre étude, on va caractériser deux types d'argile (marron et blanche) par diffraction des rayons X afin de déterminer leurs constituants et afin d'avoir des tailles nanométrique un broyage est nécessaire. Il faut mentionner que les échantillons étudiés sont de la région de Seglèbe à Souarekh de la wilaya d'El Tarf.

Notre mémoire est composé de trois chapitres dont :

- Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les argiles tels que leurs formations et structures, la classification des minéraux argileux est abordée aussi ;
- Le second chapitre explique les différents techniques utilisé dans ce travail tels que le broyage et le DRX ;
- Le dernier chapitre contenant les résultats expérimentaux avec discussion ;

Enfin nous terminerons par une conclusion générale dans laquelle les principaux résultats trouver.



Chapitre I : Etude Bibliographique

Partie I : Matériaux de Construction Naturelle

Dans cette partie du premier chapitre on va présenter les matériaux de construction naturels.

1.1. CLASSIFICATION DES MATERIAUX DE CONSTRUCTION

On distingue trois types à savoir [6] :

1.1.1. Classification scientifique

Dans la science des matériaux, selon la composition, la structure et les matériaux sont classés comme suit :

- Métaux et alliages ;
- Polymères ;
- Céramiques.

1.1.2. Matériaux de base et produits [6]

Les matériaux de construction sont les matériaux qui ont la propriété de résister contre des forces importantes :

- Matériaux de base ou matière première (Argiles, pierres, bois, calcaire, métaux).
- Matériaux produits et composites (ciment tels que calcaire et l'argile, alliages, béton...).

1.1.3. Classification pratique [6]

Dans la construction, les matériaux sont classés selon le domaine d'emploi et selon leurs propriétés principales (Résistance, compacité)

- **Les matériaux de résistance** : Ils ont la propriété de résister contre des sollicitations (poids propre, surcharge, séisme.....) : les pierres, les terres cuites, les bois, les bétons et les métaux sont les matériaux les plus fréquemment utilisés.

- **Les matériaux de protection** : Ils ont la propriété d'enrober et de protéger les matériaux de construction principaux contre les actions extérieures, tels que : Enduits, Peintures, Bitumes, etc.

1.2. PROPRIETES DE MATERIAUX [6]

Les propriétés principales des matériaux peuvent être divisées en plusieurs groupes tels que :

- **Propriétés physiques** : qui mesurent le comportement de matériaux à l'action de la température, l'humidité (la densité ; la masse volumique, la porosité, l'absorption, la perméabilité, le retrait (le gonflement) etc..) ;
- **Propriétés chimiques** : qui caractérisent le comportement des matériaux dans un environnement réactif. (Corrosion chimique, l'attaque de l'acide, etc....) ;
- **Propriétés mécaniques** : qui reflètent le comportement des matériaux déformés par les forces mécaniques (La résistance en compression, en traction, en flexion, torsion etc....) ;
- **Propriétés thermiques** : la dilatation, la résistance et comportement au feu, etc.... ;
- **Propriétés mécaniques** : qui reflètent le comportement des matériaux déformés par les forces. (La résistance en compression, en traction, en flexion, torsion etc....).

Partie II : Les Argiles

L'argile est un matériau naturel qui a été utilisé par l'homme depuis très longtemps ; il est utilisé dans plusieurs domaines telle que la construction dont on est intéressé dans cette étude.

I.3. GENERALITE

L'argile est une matière naturelle première utilisée depuis longtemps dans les différentes activités de la vie humaine. Le mot argile provient du mot grec « Argos » ou de latin « argilo » qui veut dire blanc [7].

Les argiles sont des roches constituées d'une variété de minéraux très fins, plus ou moins bien définis, dont la forme est généralement aplatie. Ils sont constitués par des minéraux spécifiques dits : argileux, les espèces constituant les argiles majoritairement sont la silice, des silicates non phylliteux, des oxydes, des hydroxydes cristallisés ou amorphes et des carbonatés [7].

Les minéraux argileux sont surtout des silicates d'alumine, dont la forme cristallographique se traduit par l'existence d'empilements de feuillets ou agrégats fibreux, dont la dimension moyenne est de 2 μ m environ [8].

Ils possèdent certaines caractéristiques qui les distinguent en tant que groupe. L'analyse chimique montre que l'argile est composée essentiellement de silice, d'alumine, d'eau et souvent de quantités non négligeables de fer (Fe), magnésium (Mg), et de faibles quantités de sodium (Na), et de potassium (K). D'autres caractéristiques peuvent être citées comme : La grande superficie et la réactivité chimique à la surface [9].

Les argiles peuvent acquérir d'autres propriétés par différentes modifications qui peuvent être par voie chimique, physique et/ou thermique. Ces propriétés ouvrent de nouvelles voies d'applications. Ces matériaux sont d'excellents échangeurs de cations ce qui permet de les utiliser pour fixer des polluants [10].

I.4. 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 d'altération chimique au contact de l'eau qui permet de la dégradation en particules très fine. Les conditions dans lesquelles cette

Chapitre I : Etude bibliographique

dégradation a eu lieu, ainsi que l'état d'avancement de cette dégradation peuvent expliquer la grande diversité des argiles [11].

I.5. STRUCTURE D'UNE ARGILE

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 [12].

La figure I.1 représente l'empilement des feuillets unitaire dans une argile. 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. (Voir figure I.1).
- L'espace inter-foliaire : c'est le vide séparant deux feuillets de même structure, il peut être occupé par des cations (éventuellement hydratés).

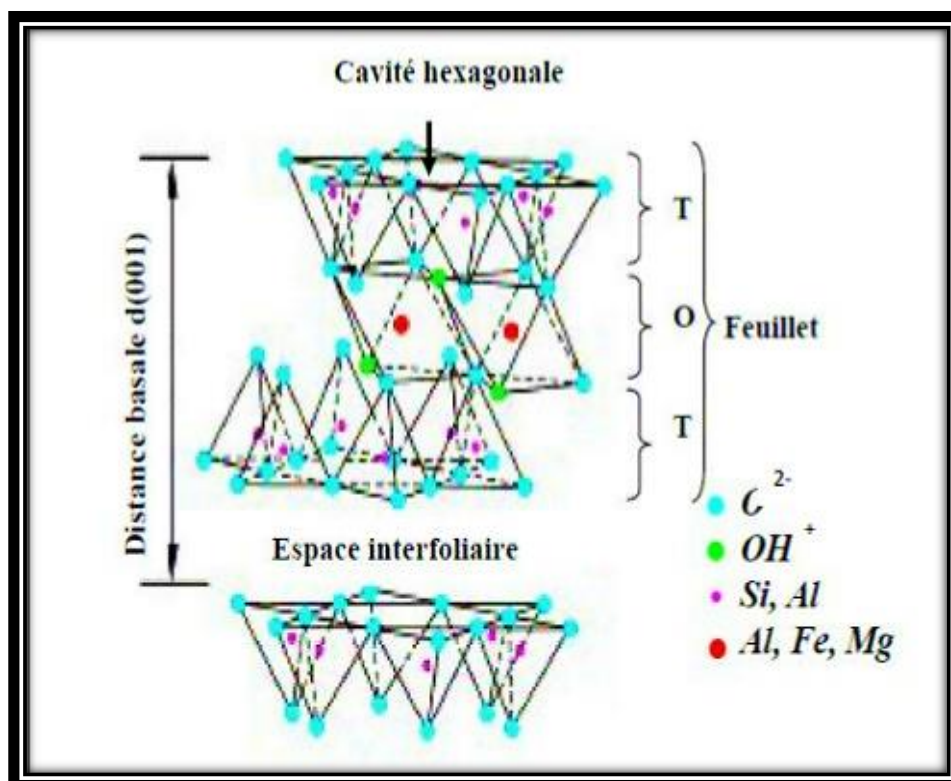


Figure I.1: Représentation schématique de l'empilement des feuillets unitaire dans une argile (cas d'une smectite) [13].

Chapitre I : Etude bibliographique

La structure des feuillets est déterminée par l'arrangement d'oxygènes et d'hydroxyles, de taille très supérieure à celle des cations, ces derniers pouvant se situer dans deux types de cavités, tétraédriques et octaédriques [14]

- **La couche octaédrique :** Cette structure est composée de deux feuillets d'oxygènes ou hydroxyles compacts dans lesquelles des ions d'aluminium sont incrustés [14].

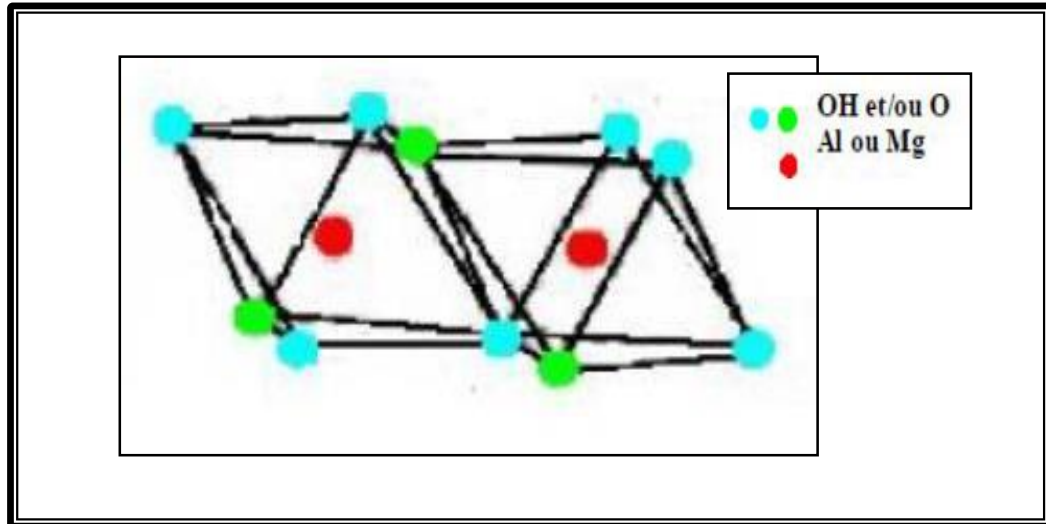


Figure I.2 : Représentation schématique de la couche octaédrique [15].

- **La couche tétraédrique :** Dans chaque couche tétraédrique, un atome de silice se trouve au centre d'un tétraèdre à équidistance des quatre atomes d'oxygènes ou d'hydroxyles [14].

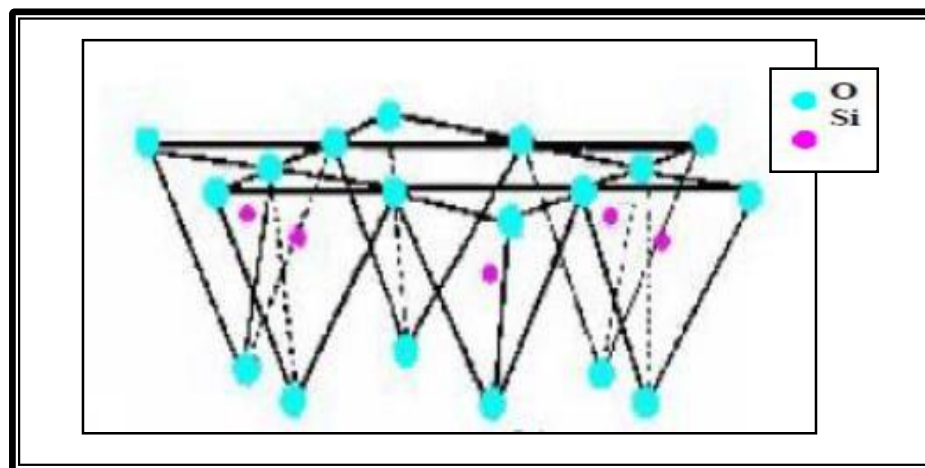


Figure I.3 : Représentation schématique de la couche tétraédrique [15].

Le feuillet est formé par la répétition horizontale d'unités élémentaires en couches planes : couches de tétraèdres centré sur du silicium et couches d'octaèdres centré sur de l'aluminium ou de magnésium. Ceci leur confère une allure de plaquettes peu épaisses et

Chapitre I : Etude bibliographique

largement développées dans deux directions de l'espace. Leurs structures sont organisées en plans ioniques successifs. La charpente anionique du feuillet est constituée trois types de plans (figure I.4) anioniques superposés et parallèles formés d'anions O^{2-} ou OH^- [16].

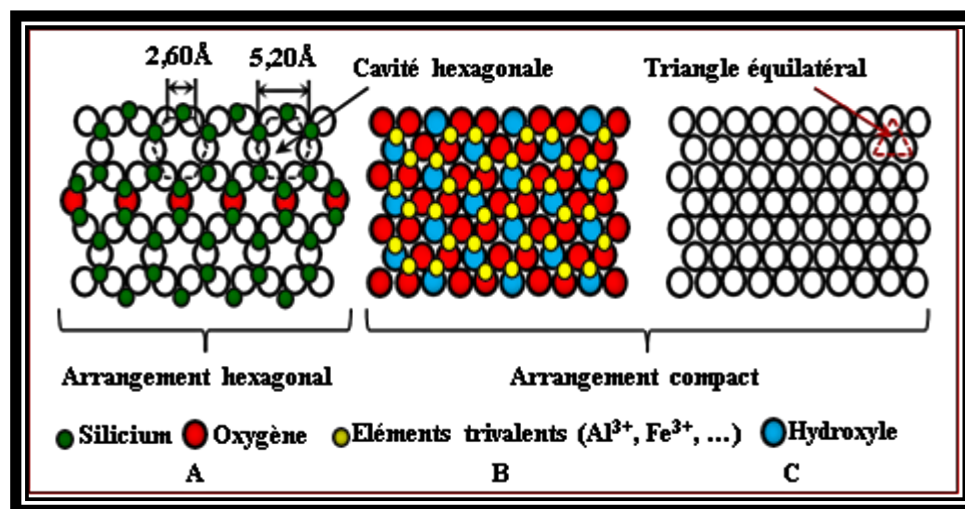


Figure I.4: Plans anioniques (O^{2-} , OH^-) de la charpente d'un feuillet selon les références La coordinence de ces groupes est de 4 dans le plan A et de 6 dans les plans B et C [16].

I.6. CLASSIFICATION DES MINÉRAUX ARGILEUX

La littérature montre différentes classifications des minéraux argileux. Ces classifications sont basées sur plusieurs paramètres en particulier l'épaisseur, la structure et la constitution du feuillet, le caractère di ou tri octaédrique, la charge inter-foliaire et son origine, la nature du cation compensateur de la charge, la répartition des cations compensateurs, etc. [17].

La classification des argiles et leur nomenclature dépendent de leur composition chimique 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 [18] :

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).

Chapitre I : Etude bibliographique

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.1).

Le tableau I.2 présente la classification des minéraux argileux où on remarque deux grandes familles caractérisées par le type d'empilements des couches octaédriques et des couches tétraédriques (figure I.5) [19] :

- Les phyllosilicates 1 :1 ou T:O (tétraèdre : octaèdre)
- Les phyllosilicates 2 :1 ou T:O:T (tétraèdre : octaèdre : tétraèdre)

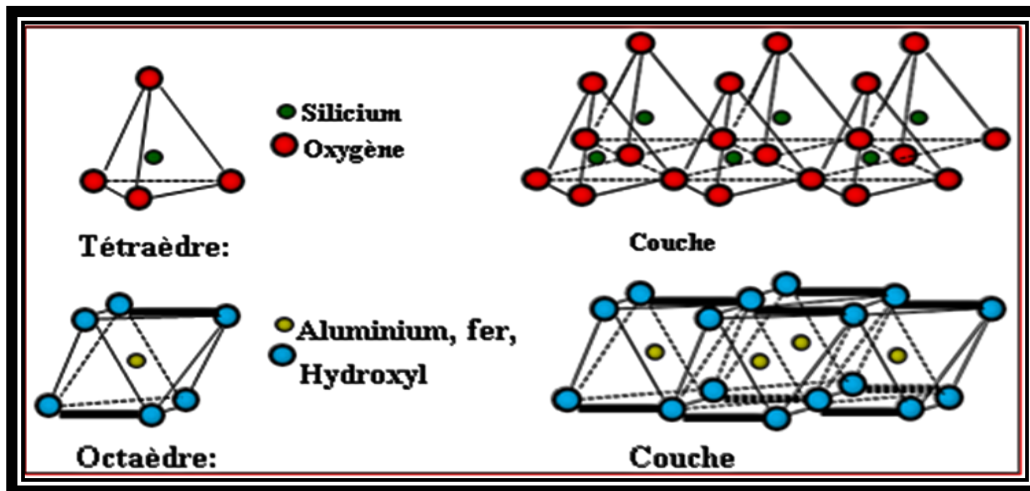


Figure I.5: Disposition des éléments dans les couches tétraédrique et octaédrique [19].

Chapitre I : Etude bibliographique

Tableau 1 : Classification des minéraux argileux [20].

Types Minéraux		Distance basale (Å)	Charge x du feuillet par unité O10(OH)2	Espèce Inter-Feuillet	Groupe de Minéraux	Sous-groupe de Minéraux	Exemples
1:1	couches T:O	7	≈ 0	Aucune Ou H ₂ O	Serpentine – Kaolinite	Kaolinite (Diocatédrigue)	Diakité, Halloysite, Kaolinite, Nacrite,
			≈ 0	Aucune		-----	Serpentine (Triocatédrigue)
			-----	-----	-----	-----	Antigorite, Greenalite
3 couches T:O:T		9	≈ 0	Aucune	Pyrophyllite– Talc	Pyrophyllite (Diocatédrigue)	Pyrophyllite
			-----	-----		-----	Talc (Triocatédrigue)
		10	≈ 0,5 – 1	Cations non hydratés (K, Na)	Micas	Mica Diocatédrigue	Céladonite, Glauconite, Illite, Muscovite, Paragonite,
			-----	-----		-----	Mica Triocatédrigue
			≈ 2	Cations non hydratés (K, Na)	Micas mous	Micas mous Diocatédrigue	Margarite,
						Micas mous Triocatédrigue	Clintonite,
		10 à 15	≈ 0,6 – 0,9	Cations ± hydratés échangeables (Ca, Na)	Vermiculites	Vermiculites Diocatédrigue	Vermiculites Diocatédrigues
						Vermiculites Triocatédrigue	Vermiculites Triocatédrigues
		10 à 18	≈ 0,2 – 0,6	Cations ± hydratés échangeables (Ca, Na)	Smectites	Smectites Diocatédrigue	Beidellite, Montmorillonite, Nontronite,
						Smectites Triocatédrigue	Hectorite, Sauconite, Saponite, Stevensite,
2:1	En lattes (rubans)	-----	variable	Cations ± hydratés échangeables	Sepiolite – Palygorskite	Palygorskite	Attapulgitte, Palygorskite,
						-----	-----
-----	-----	variable	Variable	-----	-----	-----	Minnesotaite, Stilpnomélane, Zussmanite,
						-----	-----
4	couches : T:O:T:O	4	variable	Hydroxydes	Chlorites	Chlorites Diocatédrigue	Donbassite,
						Chlorites Triocatédrigue	Brunsvigite, Chamosite, Clinochlore, Diabanite, Nimite, Pennantite, Ripidolite, Spheridanite, Thuringite

I.7. LES PRINCIPALES FAMILLES STRUCTURELLES

Il existe plusieurs familles de minéraux (phyllosilicates) [7] :

- La famille des minéraux à 7 Å : le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T/O ou de type 1/1 ;
- La famille des minéraux à 10 Å : le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T/O/T ou de type 2/1 ;

Chapitre I : Etude bibliographique

- La famille des minéraux à 14 A° : : le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T/O/T et de couches octaédriques inter-foliaires ;

1.8. CONCLUSION

Nous concluons, à partir de l'étude bibliographique des matériaux de construction naturels qui possède une propriété de résistance contre des grandes forces telle que l'argile. L'argile est utilisée par l'homme depuis l'antiquité car elle possède de nombreuses caractéristiques, elle se trouve en abondance dans la terre, est sujette à déformation et formation dans toutes ses formes.

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left side and rounded corners on the right side. The text is centered within this scroll.

***Chapitre II : Techniques De
Caractérisation***

Chapitre II : Techniques de Caractérisation

L'objectif de ce chapitre, d'apprendre les techniques de caractérisation qui ont été utilisées dans cet mémoire à savoir le broyage et la diffraction des rayons.

II.1. BROYAGE À HAUTE ENERGIE

Le broyage à haute énergie (mécanosynthèse) est une méthode mécanique qui permet à la fabrication de poudres à grains nanométrique. Par cette technique, il peut également y avoir des réactions chimiques entre des poudres co-broyées ou entre poudre et atmosphère de broyage, il en résulte des transformations chimiques ou structurales [21]. Durant le broyage haute énergie, les particules de poudres sont prises au piège entre bille et bille ou entre bille et parois des jarres. Par conséquent, il se produit une déformation plastique et une élévation locale de la température. Les particules sont alors aplaties, fracturées puis soudées (collage - décollage). Lorsqu'un certain équilibre s'installe entre le taux de rupture et le taux de soudage, on parle d'état d'équilibre. Le collage (soudage) tend à augmenter la taille moyenne des particules. Par contre, la rupture tend à diminuer leur taille moyenne (figure II.1). Les petites particules résistent à la déformation sans être fracturées et tendent à être soudées sous forme d'agglomérat. Ces agglomérats tendent à atteindre une taille intermédiaire. A ce stade, chaque particule contient presque tous les éléments, avec la même proportion de départ [22].

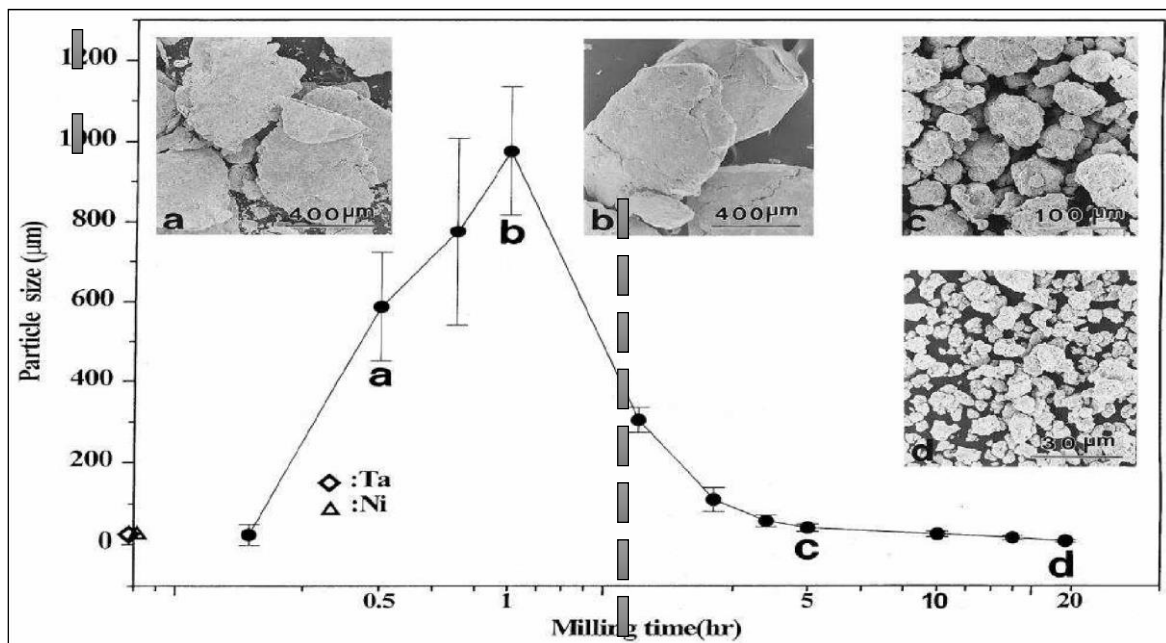


Figure II. 1. Distribution de la taille des particules provoquée par la tendance des petites particules à se souder et les grandes particules à se fracturer dans les conditions d'équilibre.

II.2. PARAMETRES DE BROUAGE

II.2.1. Le degré de remplissage

De la jarre avec les billes sont un autre facteur important dans le broyage mécanique. Un remplissage trop faible ou trop grand diminue l'efficacité du processus ; un taux optimal de remplissage est trouvé à 50 – 60 % du volume du jarre. Le produit final peut dépendre du taux de remplissage de la jarre avec les billes [23-25].

II.2.2. L'atmosphère

Dans laquelle se poursuit le broyage peut influencer la nature du produit final, mais aussi sa taille. En général, des gaz inertes est utilisés (Ar, He) pour éviter la contamination, mais aussi l'air, N₂ ou H₂ pour produire des nitrures, hydrures, oxydes, etc. [23, 24]. Il a été trouvé que les gaz inertes peuvent créer des défauts dans la poudre finale, mais aussi qu'ils peuvent être « emprisonnés » dans le composé final [26]. En fonction de la nature de l'atmosphère de broyage ; la mécanosynthèse peut être réalisée en environnement sec (air, Ar, He, N₂ ou H₂) ou humide (des composés organiques peuvent être introduits par exemple dans l'atmosphère de gaz inerte).

II.2.3. Temps de broyage

C'est le paramètre qui décrit l'intervalle de temps nécessaire pour obtenir le produit final. Il dépend du type de broyeur utilisé, du mode d'action des billes sur la poudre (collisions élastiques ou frottements) et de la température de broyage [25].

II.2.4. Broyage continu ou séquentiel

Le broyage continu peut conduire à l'obtention d'un produit différent de celui obtenu pour un broyage avec des pauses [27].

L'utilisation des agents de contrôle du processus peut conduire à une taille de cristallite déterminée, par la régulation des processus de soudage à froid, mais avec des effets contaminants sur la poudre finale [23, 24].

II.2.5. La température

La température a aussi une influence sur la formation de l'état final du produit. Une température élevée fait que la taille des cristallites augmente mais réduit leurs contraintes et la

Chapitre II : Techniques de Caractérisation

solubilité dans l'état solide [23, 24]. La température varie pendant le processus de broyage ; une température plus haute pendant la période de formation du produit final est observée. Il est constaté l'existence d'une différence entre la température des billes et celle de la paroi et entre différents types des poudres broyées (ductiles, fragiles) [28].

II.2.6. Les différents types de broyeurs

Le broyage agit par chocs et/ou par frottement des billes sur la poudre, suivant le type de broyeur utilisé. En effet, il existe plusieurs types de broyeurs de laboratoire.

II.2.6.1. Broyeur de type Attriteur

Dans ce type de broyeur, plus de 1000 billes de 0,2 à 1 cm de diamètre sont maintenues avec la poudre dans un caisson vertical et sont agitées par des éléments fixés à l'axe, qui tourne (figure II.2). Le broyage agit uniquement par frottements des billes sur la poudre. La température moyenne du creuset peut atteindre 150°C [29]. La durée moyenne d'un broyage est de l'ordre de quelques heures.

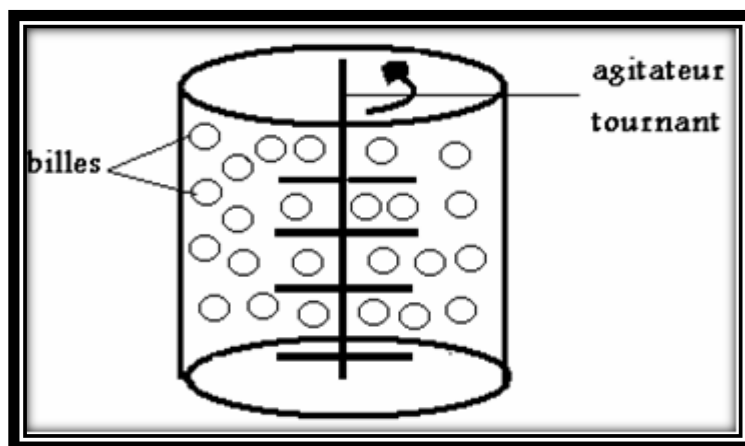


Figure. II. 2. Broyeur à Attrition

II.2.6.2. Les broyeurs à vibrations

Dans ce type de broyeurs, le broyage agit uniquement par choc des billes sur la poudre, on distingue :

L'agitateur SPEX, dans lequel six billes de 1 cm de diamètre sont agitées avec la poudre dans trois directions perpendiculaires les unes aux autres (Figure II.3.a). Hors chauffage extérieur, la température moyenne du creuset est de l'ordre de 60°C [30]. L'élévation locale de température peut atteindre 200°C [31]. La durée moyenne d'un broyage est de l'ordre de 24 h.

Chapitre II : Techniques de Caractérisation

Le broyeur à vibrations verticales, dans lequel une unique bille de 2 à 7 cm de diamètre vient frapper la poudre verticalement, grâce à l'entretien des oscillations verticales du socle du broyeur par un électroaimant (Figure II. 3. b). La température moyenne du creuset est de l'ordre de 30°C. L'élévation locale de température ne dépasse pas 10°C [31]. La durée moyenne des broyages est de l'ordre d'une semaine.

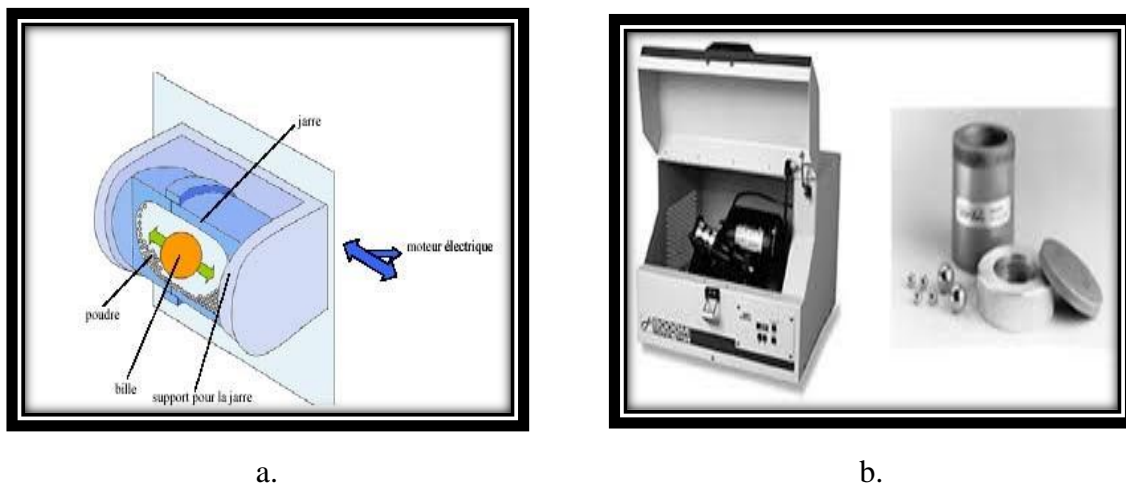


Figure. II. 3. Broyeurs à Vibrations : (a) Agitateur SPEX, (b) Broyeur vibratoire vertical

II.2.6.3. Broyeur horizontal

Dans ce type de broyeur, la poudre et les billes (parfois des barreaux ont été utilisés à la place des billes) sont placées dans un cylindre de diamètre supérieur à un mètre. Le cylindre tourne autour de son axe central à une vitesse de rotation inférieure à la vitesse critique qui correspond au collage des billes (ou des barreaux) sur la surface interne du cylindre. Les broyeurs horizontaux permettent de traiter une grande quantité de poudre de l'ordre d'une tonne. Ils sont bien plus adaptés à la production industrielle qu'en recherche et développement [32].

II.2.6.4. Broyeur Planétaire

Son principe réside dans la mise en rotation d'un plateau sur lequel on dispose des jarres tournant elles-mêmes dans le sens opposé (figure II.4). La combinaison de ces mouvements crée un effet de frottement des billes qui restent collées contre la paroi avant d'être renvoyées violemment par la force centrifuge contre la paroi. Les poudres sont ainsi soumises à des effets de friction et de choc. Selon les cas, une réaction entre les poudres à broyer et le matériau constituant les jarres et les billes peut être observée. Pour éviter cela, il est préférable d'utiliser

Chapitre II : Techniques de Caractérisation

des jarres et des billes de même nature que les matériaux à broyer. Divers matériaux sont disponibles tels que l'acier, le carbure de tungstène, l'agate ou zircon [33].

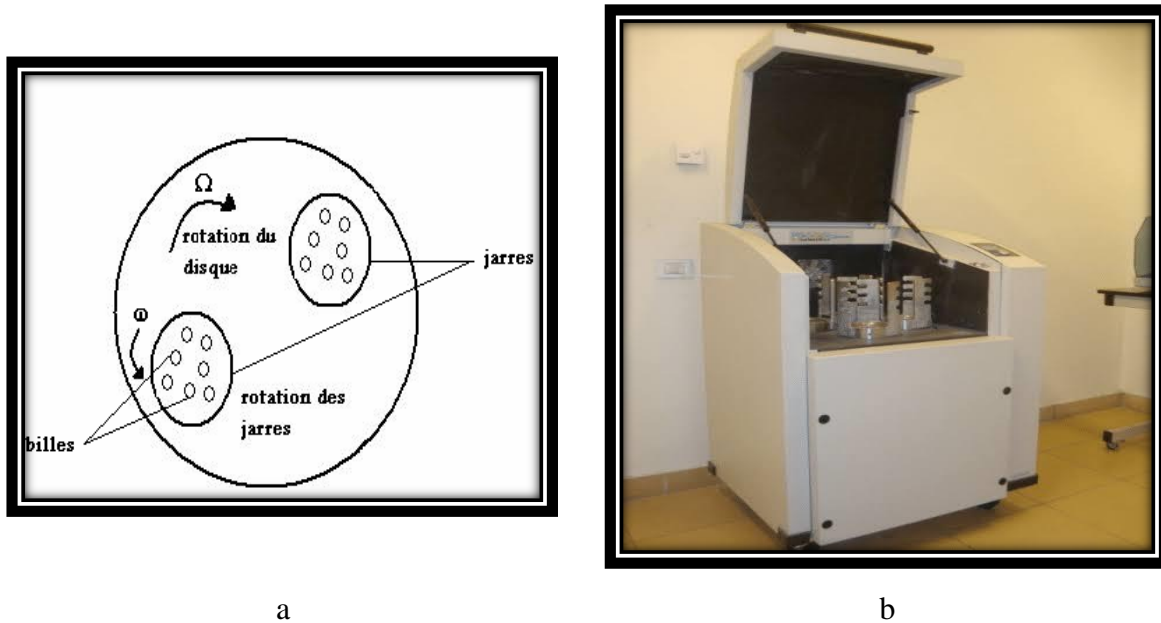


Figure II.4: Broyeur Planétaire : a) Principe de fonctionnement, b) Modèle PM400

Dans de tels types de broyeurs connus comme broyeurs centrifuges, les jarres dans lesquelles on place les billes sont fixées sur des satellites tournants, lesquels sont montés sur un plateau tournant. Les jarres de rayon r tournent avec une vitesse angulaire ω , le plateau de rayon R tourne avec une vitesse angulaire Ω (figure II.4.a). Le broyage agit soit par chocs, soit par frottements. La température moyenne des jarres est comprise entre 50°C et 120°C , suivant la vitesse des billes ; l'élévation locale de température est comprise entre 60 et 300°C [33]. Il faut signaler que dans notre étude expérimentale un broyeur planétaire est utilisé. Dans ce qui suit on donne quelques informations sur ce type de broyeur :

II.2.6.4.1 Principe de fonctionnement

Les bols de broyage sont disposés excentriquement sur la roue solaire du broyeur planétaire à billes. La roue tourne dans le sens contraire à celui de la rotation des bols de broyage et ce, dans un rapport de $1 : -2$ (ou $1 : -2,5$ ou $1 : -3$). Les billes de broyage situées dans le bol subissent une déviation résultant de mouvements de rotation superposés, responsables de ladite force de Coriolis. Les différences de vitesse entre les billes et les bols de broyage entraînent une interaction entre des forces d'impact et de friction libérant des énergies dynamiques

Chapitre II : Techniques de Caractérisation

importantes. La combinaison de ces forces se traduit par le degré de broyage élevé et très efficace des broyeurs planétaires à billes.

II.2.6.4.2. Avantages du broyeur

- Grande efficacité de broyage pour des résultats excellents,
- Jusqu'à l'échelle nanométrique,
- Résultats reproductibles, grâce au contrôle de l'énergie et de la vitesse,
- Convient pour le broyage à sec et à l'état humide,
- Fonctionnement à l'aide d'un bouton unique et affichage sur écran,
- Démarrage programmable,
- Grand choix de matériaux pour un broyage neutre pour l'analyse,
- Aération automatique de la chambre de broyage,
- Sécurité en cas de panne de courant et mémorisation du temps de fonctionnement restant.

II.2.6.4.3. Différentes étapes pour broyer un matériau

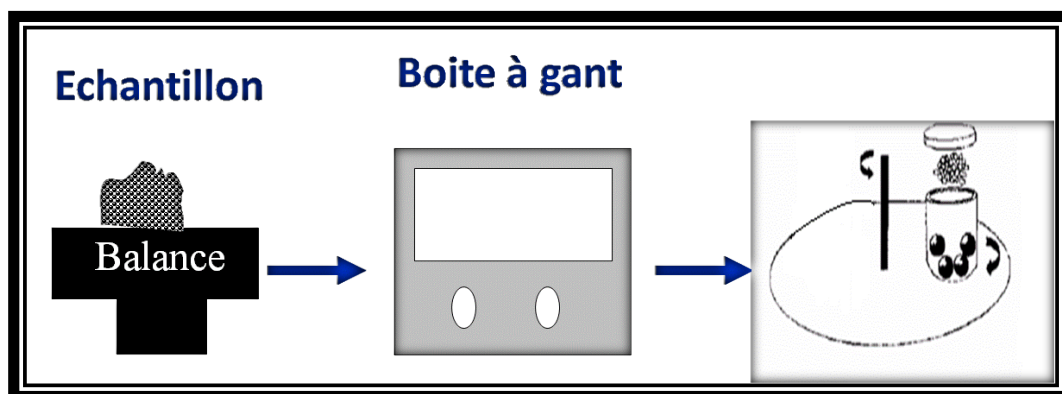


Figure II.5: Différentes étapes pour broyer un matériau

Tableau II.1 : Caractéristiques de performance

Volume max. d'échantillon	4 x 220 ml max. 8 x 20 ml
Nombre de station(s) de broyage	2 ou 4
Rapport de vitesse	1:-2 / 1:-2.5 ou 1:-3

Chapitre II : Techniques de Caractérisation

Vitesse de la roue solaire	30 à 400 tr/min
Diamètre effectif de la roue solaire	300 mm
Réglage numérique du temps de broyage (heures: minutes: secondes)	00:01:59 à 99:59:59
Intervalle	00:00:01 à 99:59:59
Temps de repos	00:00:01 à 99:59:59

Tableau II.2 : Quelques applications d'un broyeur planétaire

Applications	Broyage à l'échelle nanométrique, pulvérisation, mélange, homogénéisation, ...
Champs d'applications	Agriculture, chimie, biologie, métallurgie, produits pharmaceutiques, géologie,...
Matière chargée	Molle, dure, cassante, fibreuse, sèche ou humide.

II.3. LA DIFFRACTION DES RAYONS X

II.3.1 Définition

La diffraction des rayons X est une méthode de caractérisation structurale dans le domaine des matériaux. Cette méthode de caractérisation ne s'applique qu'aux matériaux cristallisés (mono ou poly cristallins). Cette étude a pour but de préciser la structure des couches, de mesurer les paramètres de maille et la taille des cristallites. Elle doit aussi permettre d'examiner l'état de contrainte des dépôts [34]. Elles sont une technique d'analyse non destructive pour l'identification et la détermination quantitative et qualitatives des différentes formes cristallines présentes dans un solide. L'appareil de mesure s'appelle un diffractomètre. Les données collectées forment le diagramme de diffraction ou diffractogramme [35].

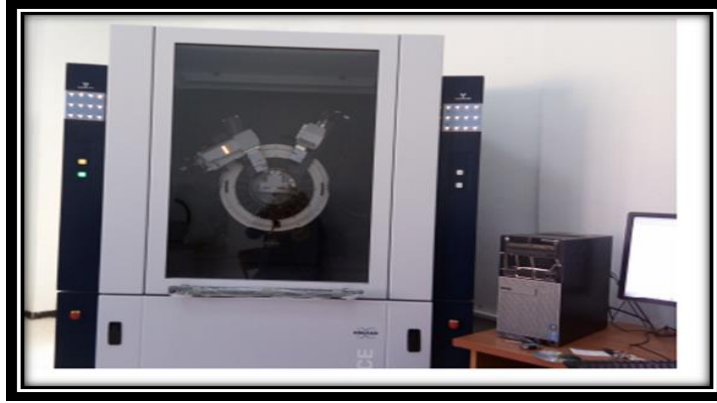


Figure II.6 : Diffraction des rayons X

II.3.2 Principe de fonctionnement d'une diffraction des rayons X

Les corps cristallins peuvent être considérés comme des assemblages de plans réticulaires plus ou moins denses. Les plans contiennent les atomes (Figure II.6) : certains plans contiennent bien plus d'atomes que d'autres en fonction de la formule chimique du minéral. Ces plans réticulaires sont séparés par des distances caractéristiques (d) selon la nature du cristal ou du minéral considéré. Avec un rayonnement de longueur d'onde suffisamment petit on peut obtenir des diffractions par les plans réticulaires (de la même manière que les rayons lumineux sont diffractés par les petites fentes d'un réseau en optique). Cette réfraction est d'autant plus intense que le plan est « dense » c'est-à-dire riche en atomes [36].

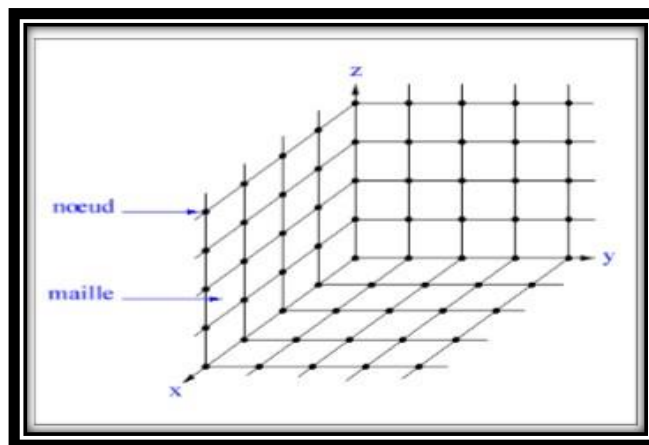


Figure II.7: Organisation tri - périodique d'un cristal.

La diffraction des rayons X sur monocristal permet d'étudier les structures cristallines, et sur poudres est principalement utilisée pour l'identification de phases. C'est une méthode non destructive utilisée pour l'analyse qualitative et quantitative d'échantillons polycristallins [37].

Chapitre II : Techniques de Caractérisation

II.3.3 Relation de Bragg

La diffraction des rayons X constitue aujourd'hui l'une des techniques les plus utiles et les plus répandues, elle est utilisée de façon préférentielle dans la caractérisation minéralogique d'un matériau argileux à l'échelle de la maille cristalline avant et après divers traitements physiques et chimiques. Cette technique d'analyse est fondée sur la diffraction des rayons X sur la matière, la loi de Bragg établit la condition essentielle à la diffraction [38] :

$$2d_{hkl}\sin \theta = n \lambda \dots \dots \dots (\text{II.1})$$

Avec :

d_{hkl} , la distance inter-réticulaire ; n , l'ordre de la diffraction ;

λ , la longueur d'onde du faisceau de rayons X ;

θ , angle d'incidence des rayons X.

La figure II.8 illustre les principales composantes d'un DRX, l'angle d'incidence des rayons X ainsi que la distance inter-réticulaire d .

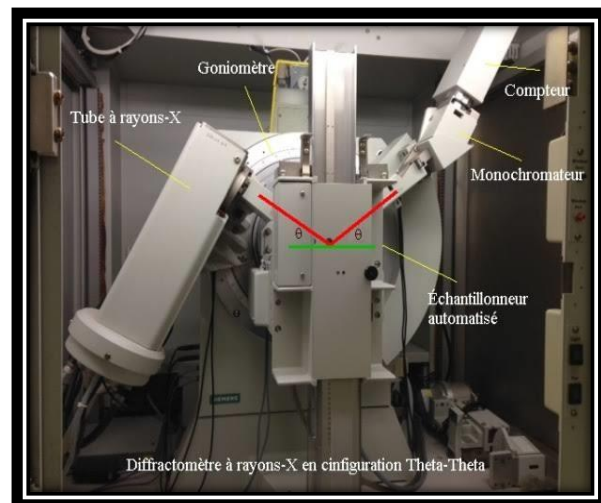
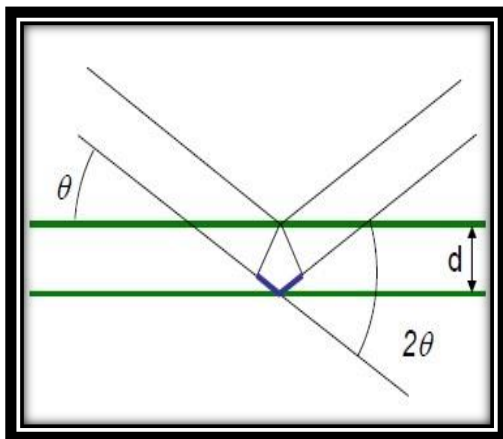


Figure II.8 : Schéma de diffraction de rayon X par une famille de plan (hkl).

II.3.4. Calcul de la taille des grains

En général, la taille des cristallites est déterminée en mesurant la largeur à mi-hauteur du pic de bragg de l'intensité maximale et en utilisant, en première approximation, la formule de Scherder qui s'écrit [39]:

Chapitre II : Techniques de Caractérisation

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots (II.2)$$

D: taille moyenne de cristallites.

K: constante (K=0.9).

θ : angle de diffraction.

λ : longueur d'onde des rayons X.

β : est la largeur à mi-hauteur.

II.3.5. Applications de DRX

Parmi les applications de la diffraction des rayons X, on cite [40]:

- Identification de phases.
- Réflexion ou transmission.
- Analyses quantitatives.
- Détermination des paramètres de maille.
- Micro diffraction.

II.4. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons cité les techniques de caractérisations des échantillons utilisées dans cette étude tels que le broyage et la diffraction des rayons X.

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and rounded corners on the right, framing the chapter title.

Chapitre III : Résultats et Discussion

Chapitre III : Résultats et Discussion

III.1. PREPARATION DE L'ECHANTILLON

Le matériau utilisé dans ce mémoire est l'argile, c'est un matériau de construction naturel, trouvé dans la nature, qui se trouve en particulier dans les régions montagneuses. Il y'a plusieurs types de l'argile telles que l'argile blanche et marron, ces deux types sont utilisés dans cette étude expérimentale parvenant de la région de Seglèbe de Souarekh de wilaya d'El Taref. (Voir la figure III.1).



a. Argile Marron



b. Argile Blanche

Figure III.1 : Echantillons utilisés dans cette étude de la région de Seglèbe

La méthode de préparation de l'échantillon consiste à :

- Extraire l'argile du sol puis la purifier des bâtons et du gravier manuellement, (Voir figure III.1) ;
- Après la purification manuelle, mettre les échantillons à l'air libre pour sécher pendant quatre jours (du 12.02.2021 jusqu'au 15.02.2021) ; (voir figure III.2)

Chapitre III : Résultats et Discussion



Figure III. 2 : L'argile après séchage (après 4 jours) : a) L'argile marron, b) L'argile blanche .

- Broyeur les échantillons finement à l'aide d'un molinex puis les tamiser.
- Ensuite les broyer à l'aide d'un broyeur planétaire PM400 ; dans cette étape, nous avons utilisé de deux disques et de deux jarres en acier inoxydable de 60 ml, dans chaque jarre huit bille de même type d'acier de diamètre 12 mm ont été placées. Le tableau III.1 mentionne les différents paramètres utilisés dans le broyeur.

Tableau III.1 : Conditions de Broyage des échantillons

Temps	Vitesse	intervalle	Inversement de direction	Temps d'arrêt
1h	350 rpm	00	Arrêt	0h



Figure III.3 : Jarre avec les billes.

La masse de l'échantillon mis dans les jarres est de 6.01g, les deux échantillons sont placés dans le broyeur pendant une heure afin d'obtenir une taille à l'échelle nanométrique ;

Chapitre III : Résultats et Discussion



Figure III.4 : Les échantillon dans le jarre.



Figure III.5 : Broyeur planétaire.



a



b

Figure III .6 : Echantillon d'Argile blanche : a) Avant broyage, b) Après broyage.



a



b

Figure III.7 : Echantillon d'Argile marron : a) Avant broyage ; b) Après broyage.

Chapitre III : Résultats et Discussion

III.2. DIFFRACTION DES RAYONS X

La diffraction des Rayons X ont été effectués à l'aide d'un appareil de type « D8 ADVANCE, BRUKER ». Les analyses par diffraction des Rayons X se sont fait au niveau de département de Physique, faculté des Sciences de L'université d'Annaba.



Figure III.8 : Appareil de diffraction des rayons X (DRX).

III.2.1. Spectre de l'Argile Marron

Le diffractogramme des RX de l'argile marron est illustré par la figure III.12

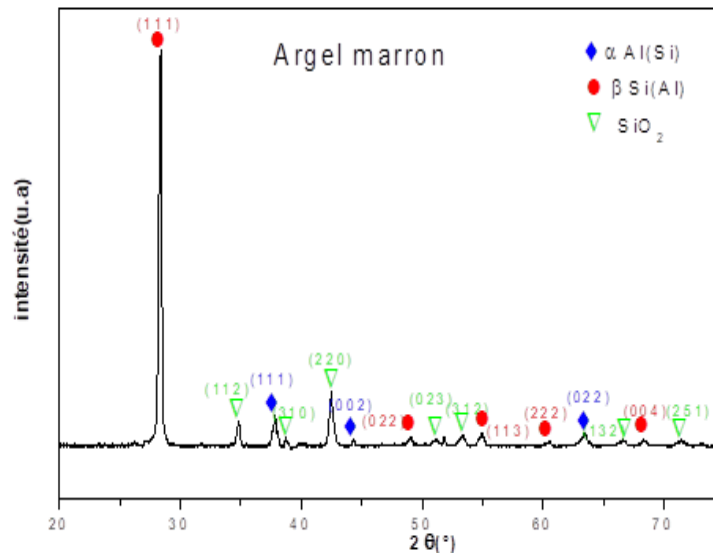


Figure III.9 : Diffractogramme RX de l'argile marron.

Chapitre III : Résultats et Discussion

III.2.1.1. Calcul des paramètres cristallins

A l'aide de la relation exprimant la distance inter réticulaire, d , en fonction des indices de Miller (hkl) et de la loi de Bragg $2 d \sin\theta = n \lambda$ (Eq. III.1), il est possible de calculer les paramètres de maille des réseaux cristallins dans le cas de systèmes cubiques :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (\text{III.2})$$

$$d_{hkl} = \frac{n \lambda}{2 \sin\theta} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \Rightarrow a = \frac{n \lambda \sqrt{h^2+k^2+l^2}}{2 \sin\theta} \quad (\text{III.3})$$

III.2.1.2. Paramètres cristallin de la phase β : solution solide d'aluminium dans le silicium β Si(Al) (cfc, $a = 5,43 \text{ \AA}$).

Tableau III.2 : Les résultats des paramètres cristallins de la phase β .

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	d_{hkl}	a (Å°)	a_{moy} (Å°)
(111)	28,47	3,13	5,42	5,33
(022)	49,02	1,85	5,23	
(113)	55,09	1,66	5,50	
(222)	60,54	1,52	5,26	
(004)	68,42	1,31	5,24	

III.2.1.3. Paramètres cristallin de la phase α : solution solide de silicium dans l'aluminium α Al(Si) (cfc, $a = 4,04 \text{ \AA}$)

Tableau III.3 : Les résultats des paramètres cristallins de la phase α .

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	d_{hkl}	a (Å°)	a_{moy} (Å°)
(111)	37,95	2,36	4,08	4,08
(002)	44,41	2,03	4,06	
(022)	63,45	1,46	4,12	

Chapitre III : Résultats et Discussion

III.2.2. Spectre de l'Argile Blanche

Le diffractogramme des RX de l'argile blanche est illustré dans la figure III.12

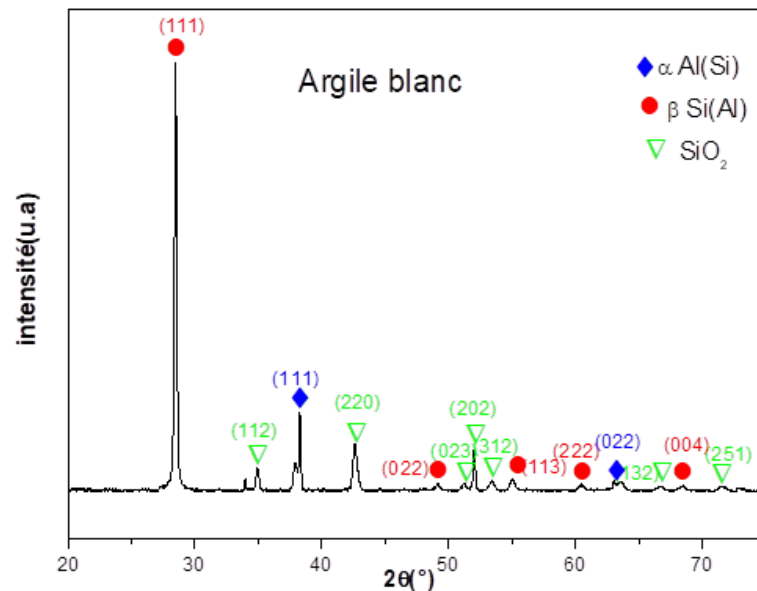


Figure III.10 : Diffractogramme RX de l'argile blanche.

III.2.2.1. Calcul de la taille des grains

La taille des grains a pu être estimée à partir des largeurs à mi-hauteur et de la relation de Debye Scherrer. Il est possible, en utilisant le diagramme de diffraction des rayons-X de relier l'élargissement à mi-hauteur des raies à la taille moyenne des cristallites par la relation suivante :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (\text{III.4})$$

D : taille moyenne de cristallites.

λ : Longueur d'onde des rayons X.

θ : Angle de diffraction.

K : constante (K=0.9).

β : est la largeur à mi-hauteur.

Chapitre III : Résultats et Discussion

III.2.2.2. Taille moyenne de cristallites de la phase β : solution solide d'aluminium dans le silicium β Si(Al).

Tableau III.4 : Les résultats de la taille moyenne de cristallites de la phase β .

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	β	Taille des grains (nm)	Taille moyenne des grains (nm)
(111)	28,47	0,3542	40,38	34,59
(022)	49,02	0,5510	27,65	
(113)	55,09	0,5510	28,38	
(222)	60,54	0,4723	33,99	
(004)	68,42	0,3936	42,59	

III.2.2.3. Taille moyenne de cristallites de la phase α : solution solide de silicium dans l'aluminium α Al(Si)

Tableau III.5 : Les résultats de la *taille* moyenne de cristallites de la phase α .

Plan hkl	$2\theta_{hkl}$	β	Taille des grains (nm)	Taille moyenne des grains (nm)
(111)	37,95	0,2362	62,09	43,56
(002)	44,41	0,5510	27,18	
(022)	63,45	0,3936	41,42	

Les résultats de caractérisation par la diffraction des rayons X ont montré principalement la présence de deux éléments condensés aluminium et silicium dans les échantillons d'argile blanche et d'argile marron.

A decorative frame resembling a scroll, with a vertical bar on the left side and rounded corners. The text is centered within the frame.

Conclusion Général

Conclusion générale

L'argile est une matière naturelle première utilisée depuis longtemps dans les différentes activités de la vie humaine. Elle est formée, en tant que roche, d'un mélange de silicates, dites minéraux argileux.

Les constituants des argiles de taille nanométriques ne peuvent être observés que par diffraction des rayons X et d'autres méthodes plus spécifiques.

Dans ce travail, nous avons caractérisé l'argile, comme étant matériau de construction naturel, par la méthode de la diffraction des rayons X après la préparation des échantillons à caractériser tels que l'extraction de la terre, la purification, le séchage, le broyage manuel et enfin le broyage à l'aide d'un broyeur planétaire de type PM 400 pendant une heure (01 h).

Deux types d'argile à savoir l'argile marron et blanche, extraites de la région de Seglèbe à Souark de la wilaya d'El Tarf, sont utilisées dans cette étude. La caractérisation des deux types d'argile nous a permis de tirer les principaux points suivants :

D'après les analyses chimiques, la composition chimique des échantillons montre que les constituants prédominants sont : la silice et l'alumine.

L'analyse par diffraction des rayons X montre que les deux types d'argile étudiées sont constituées essentiellement de minéraux associés de quartz.

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left side and rounded corners on the right. The text is centered within this border.

Référence Bibliographique

Référence Bibliographique

- [1] T. COLINART, P. GLOUANNEC, P. CHAUVELON, "Influence of the setting process and the formulation on the drying of hemp concrete," **Construction and Building Materials**, vol. 30, 2012, p. 372-380.
- [2] N. BOUZIANE, Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. Université Mentouri de CONSTANTINE., 2007, P .3-13-20-24-73.
- [3] H. BOUSSAK, Effet de la température sur les performances des céramiques contenant la bentonite de Maghnia. Thèse de doctorat. Université M'Hamed Bougara, Boumerdes, 2015.
- [4] L. BOUNA, Fonctionnalisation des minéraux argileux d'origine marocaine par TiO₂. En vue de l'élimination par photocatalyse de micropolluants organiques des milieux aqueux. Thèse de doctorat. L'institut national polytechnique de Toulouse, 2012.
- [5] S. KOULOUGHLI, Etude expérimentale des mélanges sable bentonite. Thèse de doctorat. Université Mentouri Constantine, 2007.
- [6] T. BOUBEKEUR, Evaluation des performances des ciments portland au calcaire, Mémoire de magister, Université de Chlef, 2009, p. 107.
- [7] S. CAILLERE, S. HENIN. Minéralogie des argiles, Massonet Cie ,1963.
- [8]. G. MILLOT, Géologie des argiles, Tome1, Masson, 1954.
- [9] G. M. HERNANDEZ, Etude Expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par Microscopie à Balayage Environnementale (ESEM) Et l'analyse digitale. Thèse de doctorat, Université louis pasteur de Strasbourg, Octobre 2002.
- [10] B. DJELLOUL ; AT. DRIS ; D. BASSOU ; Adsorption du cuivre Cu(II) en solution par l'argile brute et activée de la région de Tiout Naama sud-ouest algérien. Revue science des matériaux, Laboratoire LARHYSS, N°02, Septembre 2014, p. 23-34.
- [11] J. GAOMBALET, Le gonflement des argiles et ses effets sur les ouvrages souterrains de stockage. Ecole polytechnique. 2004, P.30.
- [12] M. MRAD, Modélisation de comportement hydromécanique des sols gonflants non saturés, Institut national polytechnique de LORRAINE, 2005, P. 6.

Référence Bibliographique

- [13] M. R. BOUDCHICHA, Etude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de kaolin-dolomite. Université El-Hadj Lakhder –BATNA, 2010, P. 3-14.
- [14] M. GAUTIER, Interactions entre argile ammonie et molécules organiques dans le contexte du stockage des déchets. Thèse de doctorat. Université d'Orléans, 2008, P. 276.
- [15] H. BOUSSAK. Effet de la température sur les performances des céramiques contenant la bentonite de Maghnia. Thèse de doctorat. Université M'Hamed Bougara, Boumerdes, 2015.
- [16] K. L. KONAN. Interactions entre des matériaux argileux et un milieu basique riche en calcium. Thèse de doctorat, Université limoges, 2006.
- [17] S. BOUGUERRA NEJI, M. TRABELSI, M.H frikha . Activation d'une argile smectite tunisienne à l'acide sulfurique : rôle catalytique de l'acide adsorbé par l'argile. Journal de la Société Chimique de Tunisie n°, 2009, P. 191-203.
- [18] K. CHARRADI. Contribution des argiles ferrifères 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, P. 5-6.
- [19] B BENGUELLA, A. YACOUTA-NOUR Elimination des colorants acides en solution aqueuse par la bentonite et le kaolin. Science direct. C. R. Chimie, 2009, P.762-771.
- [20] S. DROUIN, Rôle des argiles dans la préservation et la fossilisation de la matière Organique pétrologène. Université d'Orleans, 2007, P.24-26,
- [21] S. BEGIN-COLIN, F. Wolf, G.Le Caër, J. Phys III. Mécaonosynthèse d'oxides nanocristallins, 1997, P.473.
- [22] A. GUITTOUM, Etude des proprietes structurales, microstructurales et magnétique des nanoparticules FeNi, thèse de doctorat, Université du Sétif, 2008.
- [23] C. SURYANARAYANA, Mechanical alloying and milling, Progress Mater. Sci., 2001, P. 1-184
- [24] C. SURYANARAYANA, Mechanical alloying and milling, Marcel Dekker, USA, 2004
- [25] E. GAFFET, G. LE CAËR, Traitement mécanique des nanosciences et nanotechnologies édité par H. S. Nalwa, Vol. X, 2004, p. 1-39.

Référence Bibliographique

- [26] Z. SPANCHEZ, I. CHICINAS, Actes du congrès européen et exposition sur la métallurgie des poudres, européen PM 2005, vol. 2, 2-5 octobre 2005, P. 99-104.
- [27] Z. Sparchez, I. Chicinas, Proceedings of European Congress on Powder Metallurgy,EuroPM2005, Prague, Oct. 2005.
- [28] Y. S. KWON, K. B. GERASIMOV, S. K. TOON, Températures des billes lors de l'alliage mécanique dans les broyeurs planétaires, J. All. Comp. 346 ; 2002, P 276-281.
- [29] H. KIMURA, Process design for solid state amorphization in High-Energy Ballmilling, Sol. State Phen. 1989, P. 8-9, 47-60.
- [30] C. C. KOCH, Materials synthesis by mechanical alloying. Annu. Rev. Mater. Sci. 19, 1989, P. 121-143.
- [31] Y. CHEN, Contribution à la physique du procédé de mécanosynthèse, Thèse de l'Université d'Orsay : rapport CEA R-5620, 1992.
- [32] M. ABDELLAOUI, E. Gaffet, J. Alloys. Comp. 209, 1994, P. 351-361.
- [33] S. LAMRANI, N. MADDACHE, mémoire d'ingénieur, Université de Tizi Ouzou, 2008.
- [34] S. CHELOUCHE., propriétés des fenêtres optiques ZnO:Al pour cellules solaires en couches minces à base de CIGS, Université Ferhat Abbas–Setif –Ufas (Algerie), 2012.
- [35] M. F BOUBAKEUR ; Préparation et étude structurale de nouveaux composés hybrides à base d'amine et d'indium ; Université Mentouri de Constantine, 2012.
- [36] A. CHRISTOPHE., J. ERWANN., S. CATHERINE, Diffraction des rayons X, techniques et études des structures cristallines, école normale supérieure de Lyon, 2009.
- [37] F. SERNA, J. LAGNEAU, J. M. CARPENTIER, La diffraction des rayons X : une technique puissante pour résoudre certains problèmes industriels et technologiques, Centre de Recherches de l'Industrie Belge de la Céramique, 2014.
- [38] D. KAMEL, la dimension mystique dans l'écriture, mémoire de magister, université Mentouri de Constantine, 2011.
- [39] P. Scherrer, Bestimmung der rinnerens truktur Und der Größe Von kolloidteil chenmittelsröntgenstrahlen.; Springer Berlin Heideleg, 1912, P. 387- 409.
- [40] L.chekour. Éléments de diffraction des rayons x et travaux pratiques, l'université de Constantine, 2016.