



## Identification et quantification des argiles:

A l'heure actuelle, l'identification et la quantification des argiles à la SFC se fait sur **poudre compactée** par **diffraction des rayons X (DRX)** et **analyse chimique (fluorescence X)**. Un diagramme de DRX est acquis sur un intervalle angulaire large. Il est ensuite dépouillé avec un logiciel d'identification permettant de retenir les phases présentes, puis un autre logiciel permet d'estimer la proportion de chaque phase selon la méthode RIR.

Cette méthode révèle cependant deux limites :

- la validité de l'identification des phases argileuses : en effet, certaines phases sont difficilement identifiables par cette méthode car elles ont leurs pics principaux qui se superposent. C'est le cas par exemple de la muscovite et de l'illite ;

- la quantification des phases argileuses : ces phases présentent généralement une orientation préférentielle qui se traduit par des différences importantes entre la morphologie (intensité, position) des pics obtenus et celle donnée par les fiches étalons.

En raison des incertitudes élevées liées à cette méthode, la SFC a travaillé sur **le développement de nouvelles méthodes d'analyses des argiles** notamment par **DRX sur lame orientée** (maximisation de l'intensité de certaines raies facilitant l'identification des phases présentes) et encore par **analyses thermodifférentielles (ATD)**.

### Méthode d'identification des phases argileuses par DRX sur lame orientée couplé à une analyse thermodifférentielle ATD :

Le développement de cette méthode à la SFC a consisté en la **création d'une base de données de phases argileuses pures** en regroupant des **diagrammes de DRX sur lame orientée** et des **spectres d'ATD**.

Pour identifier la nature des différentes phases composant une argile, une analyse qualitative par DRX sur lame orientée et une ATD sont réalisées : les résultats sont ensuite comparés aux bases de données nouvellement créées ; ce qui permet d'identifier la nature des argiles.

De plus, la combinaison des deux techniques permet de lever tout doute sur le dépouillement des diagrammes obtenus.

### Méthode de quantification des phases argileuses par ATD :

Cette méthode d'identification des argiles est issue d'une recherche bibliographique sur les nouvelles procédures de quantification des argiles.

**L'analyse thermique différentielle** consiste à mesurer la différence de température entre l'échantillon que l'on souhaite analyser et une référence, qui ne présente pas de transformation dans le domaine de température d'étude, en fonction du temps ou de la température. La courbe obtenue en ATD comporte des pics qui sont caractérisés par une position qui correspond à la transformation de composition chimique et/ou de la structure cristalline et une aire qui correspond à l'énergie mise en jeu lors de la réaction (réaction endothermique ou exothermique) (cf. Figure 1).

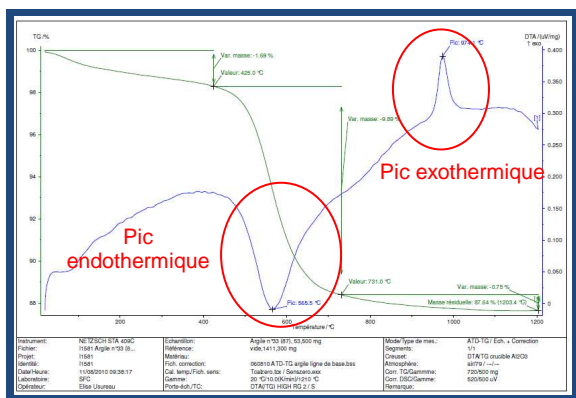


Figure 1 : courbes ATD et ATG d'une kaolinite

A l'aide de la base de données préalablement établie, il a été référencé, pour chaque phase argileuse, les **plages de température qui leur sont caractéristiques** (cf. Figure 2).

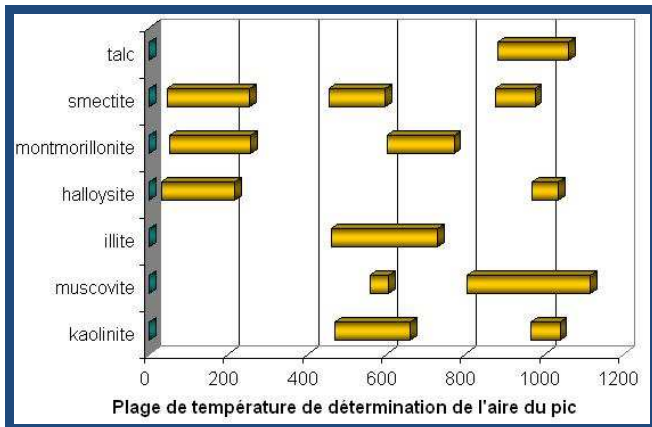


Figure 2 : plages de températures en ATD caractéristiques d'une phase (présence d'un pic)

La quantification des phases argileuses a demandé la réalisation de **droites d'étalonnage** à partir de mélanges constitués de la phase à doser et d'une phase témoin (Quartz) en faisant varier les concentrations de la phase à doser.

A partir de ces droites, un calcul permet de remonter aux **concentrations des différentes phases** présentes dans un mélange.

Des essais de quantification de mélanges de trois et quatre phases argileuses (cf. figure 3) ont donné des résultats présentant un écart maximum de 7% par rapport à la réalité. Cette faible incertitude permet de conclure que cette méthode fonctionne avec une assez bonne précision.

### Perspective de développement :

Les suites aux travaux présentés ici visent à **valider cette méthode** en tenant compte des deux paramètres suivants :

➤ l'influence du quartz dans la quantification de certaines phases : en effet, lors d'une montée en température, le quartz  $\alpha$  se transforme en quartz  $\beta$  à 573°C ce qui se traduit par un pic endothermique en ATD. Il faut donc mesurer l'incidence de ce pic sur la quantification de la smectite, de l'illite, de la muscovite et de la kaolinite dans cette plage de température. Si l'incidence est trop importante, il faudra trouver un moyen de s'en affranchir, soit en changeant de phase témoin dans les droites d'étalonnage, soit en introduisant du quartz dans le creuset témoin en ATD ;

➤ les réactions se produisant avant 250°C sont dues à la déshydratation des argiles. Il est donc nécessaire de mesurer la variation de l'intensité des pics en fonction de l'humidité absorbée par les produits et de quantifier l'influence de ce paramètre sur la méthode de quantification.

Une fois la méthode validée, des mélanges avec plus de composés qui pourront être des phases argileuses mais également des phases minérales souvent présentes dans les argiles seront testés. De plus la reproductibilité et la répétabilité de cette méthode seront évaluées.

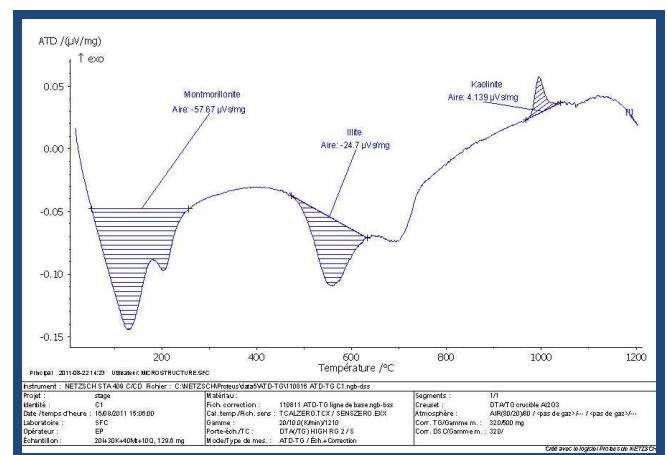


Figure 3 : résultats d'ATD d'un mélange à trois phases argileuses et du quartz



## Du côté des études :

- Céramisation de la surface d'un émail :



L'émail est soumis à de multiples agressions mécaniques qui ont raison de son apparence. Deux des sollicitations les plus fréquemment rencontrées pour un émail sont *l'usure* des assiettes lors de leur empilement (abrasion de la surface au contact du pied de l'assiette supérieure non émaillée) et *les rayures* engendrées par des minéraux naturels (quartz principalement) sur un carreau de sol. Ces problématiques de fragilité des émaux ont conduit la SFC à travailler sur le sujet qui, **avec le soutien d'OSEO**, a conduit une **étude de renforcement des émaux via la céramisation** de ceux-ci.

- Nouveaux liants temporaires :

La recherche permanente de diminution d'épaisseur des pièces massives céramique afin de les alléger (exemple des carreaux de 3mm d'épaisseur) et le développement permanent de nouvelles formes (nouveau design...) s'heurte à une difficulté de plus en plus grandissante qu'est le maintien des pièces lors du façonnage avant la cuisson céramique qui consolide par frittage à haute température la pièce finale. Ainsi, **l'utilisation de liants temporaires** est une voie de développement importante afin d'augmenter la cohésion en cru des céramiques, et réduire les taux de rebuts de production.

Une étude **soutenu par OSEO** a ainsi permis d'explorer deux nouvelles voies de **développement de liants temporaires** telles que l'utilisation de *géopolymères* qui s'avèrent être un excellent candidat dans les procédés de préparation par voie sèche (secteur des carreaux céramique par exemple) ; ou encore *l'utilisation de dérivés polymériques* dans les procédés par voie liquide (secteur des produits sanitaires par exemple) qui n'engendrent pas de perturbations rhéologiques problématiques au façonnage.

## Brèves d'actualités :



- Journées annuelles du GFC du 3 au 5 Avril 2012 au centre de séjour de Mittelwihr, en Alsace. Ces journées seront organisées conjointement par l'Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M) et le Laboratoire des Nanomatériaux pour les Systèmes Sous Sollicitations Extrêmes (NS3E) de Saint Louis.
- Le 22 mars 2012, la SFC organise une journée technique d'information sur les dernières évolutions réglementaires européennes concernant **les Matériaux au Contact des Denrées Alimentaires**. Des places sont encore disponibles. N'hésitez pas à nous contacter pour toute demande de programme et/ou d'inscription.

*Pour de plus amples informations, CONTACTEZ-NOUS...*