



Université Abderrahmane Mira de Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et Géologie

Memoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines
Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

M^{me} Bousnou Celía

Mlle Guemouri Dahbia

Thème

***Caractérisation et valorisation du gypse de
boudjellil dans le domaine médical (cas du
plâtre à fracture)***

Soutenu le 06/ 07 /2017 devant le jury composé de :

| | | | |
|----------------|--------------|-------|---------|
| Président : | Mr A.DJEMAA | M.A.A | U.A.M.B |
| Promoteur : | Mr A. Akdim | M.A.A | U.A.M.B |
| Examinatrice : | Mme F.BOUCAR | M.C.B | U.A.M.B |

Année Universitaire : 2016-2017

Remerciements

Au terme de ce travail, Je tiens à remercier **allah** le tout-Puissant qui nous a donné tout le courage, la sagesse et la patience pour terminer ce travail.

Tout d'abord, nous voudrions remercier notre promoteur Mr **AKDIM Abdelghani** qui nous a fait confiance en acceptant de diriger notre mémoire de Master, très reconnaissant de l'opportunité qu'il nous a donnée, ses remarques pertinentes et son dévouement et sa rigueur scientifique resteront pour nous un modèle exemplaire.

Nous sommes heureux de remercier sincèrement Mme **Souici Zahia** d'avoir bien voulu examiner notre travail et être parmi le jury de soutenance.

Egalement, nous remercions vivement **Docteur DJEMAA**, d'avoir accepté de présider le jury de soutenance de mémoire de master.

Nos remerciements vont, à tous les techniciens de laboratoire chimique géotechnique valorisation de l'office national des recherches géologiques et minières (ORGM) pour nous avoir permis d'effectuer les différents tests et pour avoir mis à notre disposition le matériel et les moyens nécessaires à la réalisation de notre travail.

Un grand remerciement à **Mr OMRI Mohamed Amin** ; enseignant chercheur à l'université A.M de Bejaia, **Mr Benarab Saleh** ingénieur des mines à Sonatrach Boumerdes.

Dédicaces

En préambule à ce mémoire nous remercions ALLAH qui nous aide et nous donne la patience et le courage durant ces longue années d'étude.

A ma tendre mère pour son agréable amour et ses merveilleux conseils. A mon très cher père qui est toujours présent et continu de l'être pour faire mon bonheur.

Qui m'ont élevé, soutenu et encouragé. Je leurs rends hommage pour les innombrables sacrifices qu'ils ont consentis pour que chacun de nous trouve son chemin. Tous que je peux vous offrir ne pourra pas exprimer l'amour et la reconnaissance que vous porte.

En témoignage, je vous offre ce modeste travail pour vous remercie sur les sacrifices et pour l'affection dont vous m'avez toujours entourée.

A mes adorables frère sœurs, Belaid, Lyes, Djidjiga, Nawel, Rina qui m'ont toujours aidée et me laisse jamais tomber, je vous aime pour tout ce que vous m'avez donnée.

Sans exception mon cher époux Mehdi qui m'as beaucoup soutenue.

Aucune dédicace ne pourra exprimer mon respect, ma considération et mes profonds sentiments envers eux.

Je prie le bon dieu de les bénir, de veiller sur eux, en espérant qu'ils seront toujours fiers de moi.

A tous mes tantes et oncles

A Mr Oumari Mohamed Amine pour son aide

A mes adorables amis qui sont ma deuxième famille (Liza, Sadek, Youcef, Lilia, Mira, Fadila, Kahinouche, Nacera, Nawel)

A mes enseignants

Celia. M

Dédicaces

Toutes les lettres ne sauraient trouver les qui 'il faut...

Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude,

L'amour , le respect , la reconnaissance...

Aussi, c'est tout simplement que

Je dédie cette mémoire

Mes chers parents

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être.

Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.

Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez.

Puisse Dieu, le très haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.

Je dédie ce travail aussi

A mes frères 'Mezian' et 'Moussa' à mes sœurs 'Kahina' Lamia' et 'Hesni' a m'es chères nièces 'Malak, Aya, Ainaïsse, Amel, Fatima Zahra' et mon cher neveu 'Mostapha'.

Dédicace aussi

A mes cousins et cousines et a toute ma famille sans exception.

Je dédie ce travail aussi

A mes chers ami(e)s Cici, Selma, Naoele, Lilya, Mia, Kahinouch, Nacera, Fadzi, Housseem, Idir, Bouaalem. Et a mes enseignants

Kenza Ghemouri

Tables des matières

Liste des symboles et abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....1

CHAPITRE I

Etude bibliographique

PARTIE I: GENERALITES SUR LE GYPSE ET LE PLATRE

Introduction3

I.1 Historique4

I.2 Le Gypse5

 I.2.1 Définition5

 I.2.2 Caractéristique de gypse7

 I.2.2.1 Caractéristique minéralogique7

 I.2.2.2 Caractéristiques chimique8

 I.2.2.3 Caractéristique optiques9

 I.2.3 Mode de formation de gypse9

 I.2.3.1 Précipitation des solutions salines

 I.2.3.2 Action chimique sur les pierres calcaires11

 I.2.3.3 Désagrégation et accumulation mécanique.....11

 I.2.4 Exploitation des gisements11

 I.2.4.1 Exploitation souterraine11

 I.2.4.2 Exploitation à ciel ouvert12

| | |
|---|----|
| I.2.5 Les modes de traitement de gypse | 12 |
| I.2.6 Secteur d'utilisation du gypse | 13 |
| I.3 Plâtre..... | 14 |
| I.3.1 Généralité | 14 |
| I.3.2 Les semi-hydrates | 16 |
| I.3.2.1 Définition | 16 |
| I.3.2.2 traitement après cuisson..... | 19 |
| I.3.3 Les caractéristiques générales de plâtre | 20 |
| I.3.4 Qualité de plâtre..... | 21 |
| I.3.5 Les types du plâtre | 21 |
| I.4 Les anhydrites | 21 |
| I.4.1 Définition | 21 |
| I.4.2 L'anhydrite III ou anhydrite soluble | 22 |
| I.4.3 L'anhydrite II, dite insoluble | 23 |
| I.4.4 L'anhydrite I | 23 |
| I.5 Plâtre médicale | 23 |
| I.5.1 Définition | 23 |
| I.5.2 Les types de plâtre médical | 24 |
| I.5.2.1 Le plâtre pour empreinte (tendre)..... | 24 |
| I.5.2.2 Plâtre dentaire..... | 24 |
| I.5.2.3 L'immobilisation orthopédique des os | 25 |
| I.5.2.4. La bande plâtrée | 25 |
| I.5.2.5 Les plâtres cosmétiques | 26 |
| I.5.3 Propriétés du plâtre médical..... | 26 |
| Partie II : description de gisement de la carrière de boudjellil..... | 28 |
| I.6 Situation géographique et contexte géologique | 29 |

| | |
|--|----|
| I.6.1 situation géographique | 29 |
| I.6.2 géologies de la région | 29 |
| I.6.2.1 Les dépôts carbonifères | 29 |
| I.6.2.2 Les formations du trias | 29 |
| I.6.2.3 Les formations du jurassique inférieur | 30 |
| I.6.2.4 Les formations crétacées..... | 30 |
| I.6.2.5 Les formations du paléogène-Néogène | 30 |
| I.6.2.6 Les formations quaternaires | 30 |
| I.6.3 Géologies de gisement | 31 |
| I.6.3.1 Des formations du crétacé inférieur | 32 |
| Conclusion | 32 |

CHAPITRE II

Méthodes et matériels

| | |
|--|----|
| Introduction..... | 34 |
| II.1 Echantillonnage..... | 34 |
| II.1.2 Préparation des échantillons..... | 34 |
| II.2 Analyse chimique..... | 36 |
| II.2.1 Détermination l'eau de constitution (H_2O^+)..... | 36 |
| II.2.2 Détermination la perte au feu | 36 |
| II.2.3 Dosage des résidus insoluble | 37 |
| II.2.4 Dosage de CaO..... | 38 |
| II.2.5 Dosage des sulfates SO_3 | 39 |
| II.2.6 Analyse par spectrométrie d'absorption atomique (SAA) | 40 |
| II.2.7 Analyse par la fluorescence X (XRF)..... | 42 |

| | |
|--|----|
| II.3 ANALYSE PHYSIQUE | 43 |
| II.3.1 La porosité..... | 43 |
| II.3.2 La densité | 44 |
| II.3.3 L'humidité | 45 |
| II.4 Analyse minéralogique..... | 46 |
| II.4.1 Observations microscopiques et Préparations de lame mince | 46 |
| II.4.2 Analyse diffractométrique..... | 47 |
| II.4.2.1 la diffraction des rayons x | 48 |
| II.5 Analyse granulométrique..... | 49 |
| II.6. CALCINATION DE GYPSE..... | 50 |
| Conclusion..... | 52 |

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

| | |
|---|----|
| Introduction | 53 |
| III.1 Préparation mécanique | 53 |
| III.2 caractérisation de gypse de boudjellil | 53 |
| III.2.1 Les analyses chimiques..... | 53 |
| III.2.1.1 Résultat d'analyse (PAF, H ₂ O ⁺ , résidu sec)..... | 53 |
| III.2.1.2 Résultats d'analyses par fluorescence x | 53 |
| III.2.2 Résultats d'analyse physique | 55 |
| III.2.3 Résultats minéralogique..... | 56 |
| III.2.3.1 Résultats obtenu par l'observation microscopique | 56 |
| III.2.3.2 Résultats obtenu par diffraction de rayon X..... | 57 |
| III.2.4 Résultats d'analyse granulométrie..... | 59 |
| III.3 Traitement de minerais par calcination | 60 |
| III.3.1 Calcination de gypse de boudjellil | 60 |
| III .4 Comparaison entre le gypse de boudjellil et le plâtre médical..... | 61 |
| III.4.1 Les résultats d'analyses par fluorescence x | 62 |

| | |
|---|-----------|
| III.4.2 Résultat d'analyse par spectrométrie d'absorption atomique..... | 64 |
| III.4.3 Résultats par la diffraction de rayon X | 65 |
| Conclusion..... | 70 |
| Conclusion générale..... | 71 |

Référence bibliographie

Annexe 1

Annexe 2

Annexe 3

Liste des abréviations

Λ : Conductivité thermique

Al_2O_3 : Oxyde d'aluminium, l'alumine

BaCl_2 : Chlorure de baryum

BRGM : Bureau de recherche géologique minier

CaO : Oxyde de calcium "chaux vive"

$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: Gypse

CaSO_4 : Anhydrite

cm : Centimètre

CO_2 : Dioxyde de carbone, gaz carbonique ou anhydride carbonique

dyn : Dyne, 1 dyne= 10^{-5} newton

E : Quantité d'eau

EDTA : Ethylène Diamine Tétra-Acétique, acide éthylène-diamine tétra-acétique,

Ech : Echantillon

g : Gramme

h : Heure

HCl : Acide chlorhydrique

H_2SO_4 : Acide sulfurique

J : Joule

J/Kg: Joule par kilogramme*

K: Degré Kelvin

Kg : Kilogramme

KOH : Hydroxyde de potassium

K₂O : Oxyde de potassium

L : Litre

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

m: Masse

MgO: Oxyde de magnésium

Na₂O : Oxyde de sodium

ORGM : Office nationale de recherche géologique et minier

PAF : Perte au feu

pH : Mesure de degré d'acidité ou d'alcalinité d'une solution.

PM : Plâtre médical

Pb : Plomb

P₂O₅: Oxyde de phosphore, anhydride phosphorique

s : Seconde

SiO₂ : Dioxyde de silicium

SO₂ : Dioxyde de soufre, anhydride sulfureux.

T: Température

TiO₂ : Dioxyde de titane

TV : Tout venant

Zn : Zinc

UV : Ultraviolet

XII : 12^e siècle

XIV : 14^e siècle

XVIII : 18^e siècle

α : Semi-hydrates

β : Semi-hydrates

°C : Degré Celsius

Liste des figures

Chapitre I

| | |
|---|----|
| Figure I 1 : Sarcophage mérovingien | 4 |
| Figure I 2 : Différentes formes de cristaux de gypse | 6 |
| Figure I 3 Représentation schématique de la maille élémentaire du réseau cristallin monoclinique du gypse | 7 |
| Figure I 4 Structure cristalline du gypse | 8 |
| Figure I 5 Variation de la solubilité de gypse en fonction de la température..... | 9 |
| Figure I 6 : Formation de gypse..... | 10 |
| Figure I 7 : Exploitation en galerie..... | 11 |
| Figure I 8 : Gypse de carrière..... | 12 |
| Figure I 9 : Le four rotatif | 17 |
| Figure I 10 : La cuisson en autoclave..... | 18 |
| Figure I 11 : Des deux formes de semihydrate au MEB | 18 |
| Figure I 12 : L'anhydrite..... | 22 |
| Figure I 13 : Plâtre à empreintes..... | 24 |
| Figure I 14 : Plâtre dentaire..... | 25 |
| Figure I 15 : Plâtre d'immobilisation..... | 25 |
| Figure I 16 : Bande plâtrée..... | 26 |
| Figure I 17 : Plâtre cosmétique..... | 26 |
| Figure I 18 : Carte géographiques du gisements de boudjellil..... | 33 |

Chapitre II

| | |
|---|----|
| Figure II 1 : Schéma de préparation mécanique des échantillons pour analyses | 35 |
| Figure II 2 : Les étapes de détermination le CaO [prise au niveau de laboratoire chimique] | 39 |
| Figure II 3 : Les étapes de détermination SO ₃ [l'image prise au niveau de laboratoire chimique..... | 40 |

| | |
|--|----|
| Figure II 4 : Appareillage spectromètre d'absorption atomique AA240-type VARIAN[Les photos sont prise au niveau de laboratoire] | 41 |
| Figure II 5 : La persse de pastille | 43 |
| Figure II 6 : Spectromètre AXIOPANalytical [Les photos sont prise au niveau de laboratoire] | 43 |
| Figure II 7 : Le voluménomètre [la photo est prise au niveau de laboratoire] | 45 |
| Figure II 8 : Les étapes de préparation les lames minces | 47 |
| Figure II 9 : Principe de la diffraction des rayons X | 48 |
| Figure II.10 : Appareillage de diffraction des rayons X | 49 |
| Figure II 11 : Tamiseuse en électro-vibrante [prise au niveau de laboratoire] | 50 |
| Figure II 12 : Organigramme de calcination de plâtre boudjellil..... | 51 |

Chapitre III

| | |
|---|----|
| Figure III.1 : Diffractogramme l'échantillons de tout venant..... | 58 |
| Figure III 2 : Courbe granulométrique des passants et les refus en fonction des diamètres moyen..... | 59 |
| Figure III 3 : Représentation de perte au poids en fonction de la température..... | 61 |
| Figure III 4 : Evaluation des teneures de CaO en fonction de la température..... | 62 |
| Figure III 5 : Evaluation des teneures de SO ₃ en fonction de la température..... | 63 |
| Figure III 6 : Spectre d'analyse par diffraction des rayon X de l'échantillons à 150°C..... | 65 |
| Figure III 7 : Spectre d'analyse par diffraction des rayon X de l'échantillons à 200° | 66 |
| Figure III 8 : Spectre d'analyse par diffraction des rayon X de l'échantillons à 500°C..... | 67 |
| Figure III 9: Spectre d'analyse par diffraction des rayon X de l'échantillons 800°C..... | 68 |

Figure III 10 : Diffractogramme de l'échantillon plâtre médical.....69

Liste des tableaux

CHAPITRE I

| | |
|--|----|
| Tableau I.1 : Les différents corps que l'on rencontre dans le système $\text{CaSO}_4\text{H}_2\text{O}$ | 15 |
|--|----|

CHAPITRE III

| | |
|---|----|
| Tableau III.1 : D'analyse des impuretés..... | 53 |
|---|----|

| | |
|--|----|
| Tableau III.2 : Composition chimique (% massique) de gypse de boudjellil..... | 54 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| Tableau III.3 : L'analyse spectrale des échantillons de gypse (TV)..... | 54 |
|--|----|

| | |
|---|----|
| Tableau III .4 : Résultat d'analyse granulométrique..... | 55 |
|---|----|

| | |
|---|----|
| Tableau III.5 : Propriétés physiques de gypse..... | 56 |
|---|----|

| | |
|--|----|
| Tableau III.6 : Les analyse en lame mince (LM01LM02)..... | 56 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| Tableau III.7 : Les résultats de la lame mince (LM 03)..... | 56 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| Tableau III.8 : Résultats la lame mince (LM42)..... | 59 |
|--|----|

| | |
|---|----|
| Tableau III.9 : Calcination de gypse à différente température..... | 60 |
|---|----|

| | |
|--|----|
| Tableau III.10: Composition chimique (% massique) de gypse de boudjellil et plâtre médicale (bande platerie) | 62 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| Tableau III.11 : L'analyse spectrale des échantillons de gypse..... | 64 |
|--|----|

Introduction générale

Le gypse et sa variété anhydre (anhydrite) se rencontrent communément dans la nature et fréquemment ensemble, sous de multiples aspects de texture et de couleur selon les conditions de genèse et les impuretés associées. La principale application de ce matériau est la préparation du plâtre, que l'on considère souvent comme un hémihydrate du sulfate de calcium. Etant donné l'intérêt industriel de ce produit un grand nombre de travaux ont été effectués tant sur les conditions de déshydratation du gypse que sur la nature des produits obtenus. C'est une rare ressource à usage industriel, multi-filière et recyclable à l'infini [8 ;9].

Le plâtre est une poudre blanche produite par calcination du gypse, suivie d'un broyage c'est aussi le même matériau gâché avec l'eau et durci. Il est employé pour le moulage des formes ainsi que dans le bâtiment pour la confection d'éléments préfabriqués comme les carreaux, les panneaux, etc. La pureté, qualité et la finesse des plâtres de moulage ouvrent de larges applications dans les domaines liés aux soins du corps, on le désigne par son appareil de contention et d'immobilisation moulé directement sur le patient (sur un membre, un sagement de membre ou une articulation en cas de fracture osseuse ou de lésion ostéoarticulaire). Et selon des compositions très variées, les plâtres interviennent dans toutes les étapes en chirurgie dentaire. C'est donc un matériau solide. C'est la réhydratation de l'hémihydrate en gypse (après mélange de la poudre avec de l'eau) qui permet la constitution d'un matériau solide. Il est aussi la poudre (semi hydraté) qui permet après le gâchage d'obtenir le matériau [1 ;32].

Le plâtre est cependant un matériau très intéressant sur le plan scientifique : c'est un liant hydraulique (microstructure évaluant et se développant au cours de l'hydratation), mais de structure nettement plus simple que celle du ciment, dont le mécanisme de prise avec l'eau est encore très controversé et qui présente de nombreux avantages par rapport aux autres matériaux de construction (béton, mortier, ciment). Les points forts du plâtre sont essentiellement sa faible densité apparente, ses très bonnes propriétés d'isolant thermique et phonique en raison de sa teneur élevée en eau et de son importante porosité. par ailleurs, ce matériau présente un pouvoir de régulation hygrométrique à l'intérieure des maisons et une bonne résistance au feu (présence d'eau de structure). Tout cela pour un faible coût de production [33].

Notre étude porte sur la reconnaissance générale de gypse de boudjellil et l'identification de ces impuretés afin de savoir s'il est valable à être utilisé dans le domaine médical.

Notre travail est réalisé à la société de l'**ORGM** (l'office nationale de recherche géologique et minière), pour pouvoir analyser la matière première utilisée à la plâtrerie de boudjellil.

Le manuscrite est divisé en trois chapitres :

On commence par une introduction générale qui consiste des généralités sur le plâtre.

Le premier chapitre est structuré en deux parties, la première partie est consacrée à décrire les concepts fondamentaux et principes de base concernant les plâtres et le gypse et la deuxième partie se focalise sur la matière première étudiée qui a été prélevée dans le gisement de boudjellil, à ce titre une description bien détaillée sur la géologie a été donnée.

Le deuxième chapitre est consacré à la description de l'appareillage que nous avons utilisé, pour identifier et analyser la matière première (gypse de boudjellil). Les nombres des techniques relativement importants que nous avons mises en œuvre, s'explique par la nécessité de vérifier certains résultats et d'obtenir le maximum d'informations complémentaires les unes des autres.

Le troisième chapitre est consacré à l'interprétation des résultats expérimentaux décrits dans le chapitre précédent. Ces résultats nous permettent d'identifier les principaux éléments composant ce gypse et ses impuretés.

On termine notre manuscrit par une conclusion générale cette dernière nous permet de récapituler les résultats obtenus.

Introduction

Le plâtre est connu depuis longtemps, il est classé parmi les matériaux de construction dont l'obtention exige en partie une certaine transformation, qui fait appel à l'intervention de l'homme. Il est généralement considéré comme l'un des plus anciens matériaux avec la chaux et la terre cuite. Il est obtenu par un simple chauffage à une température qui n'est pas très élevée, puis réduit en poudre, il sera prêt à être utilisé. On l'extrait de la pierre à plâtre ou gypse, ce dernier est un minéral relativement répandu dans la nature [1].

Le sulfate de calcium se trouve dans la nature sous deux formes minérales bien définies. Le gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) avec ses différentes variétés : gypse "fer de lance" ou "pied d'alouette", gypse saccharoïde (à grains fins), gypse fibreux (fines aiguilles accolées), gypse "rose des sables", albâtre (gypse blanc pur) donnent du plâtre (sulfate de chaux) par cuisson, et prend la forme de l'anhydrite (gypse qui ne contenant pas d'eau) [1 ;2].

Le sulfate de calcium est utilisé comme une matière première pour la fabrication du plâtre qu'on utilise dans différents domaines [2].

I.1 Historique

De récentes découvertes archéologiques ont montré que l'emploi du plâtre remontait au 8^e millénaire avant J.C (fouilles en Syrie et en Turquie). Des enduits en plâtre et chaux servirent de support à des fresques décoratives, à réaliser des sols et même à fabriquer des récipients. Les fouilles de Jéricho (6^e millénaire avant J.C) ont révélé des traces d'emploi de plâtre en moulage et en modelage dans la réalisation de la grande pyramide, élevée par Chéops roi d'Egypte de la 4^e dynastie vers l'an 2800 avant notre ère. Cette pyramide continue à porter l'un des témoignages de l'usage du plâtre dans le domaine de la construction [1].

Les applications du plâtre ont également existé depuis fort longtemps dans les différentes autres contrées du globe. Ainsi, en Afrique, c'est avec un plâtre très résistant que les Berbères ont construit les barrages et les canaux grâce auxquels ils assurent depuis des siècles l'irrigation des palmeraies du Mزاب, comme c'est grâce au plâtre qu'ils assemblent les blocs de terre damées avec lesquels ils montent leurs habitations.

Cependant, à ces époques le plâtre fut couramment employé en région parisienne pour fabriquer des sarcophages figure I.1 décorés dont de nombreux exemplaires ont été retrouvés presque intacts de nos jours [3].



Figure I.1 : Sarcophage mérovingien. [3]

A partir du XII^e siècle la construction en maçonnerie et les enduits utilisant le plâtre connaissent un regain de faveur. Le plâtre à stuc est déjà connu ainsi que le plâtre à plancher.

Au XIV^e siècle Louis promulgué impose l'utilisation d'un enduit de plâtre dans les maisons à ossature de bois, cet édite faisait suite à l'incendie de Londres, le plâtre étant déjà connu pour sa résistance au feu [3].

Au XVIII^e siècle, l'utilisation du plâtre dans la construction est généralisée au temps du Roi soleil de France. A cette époque, les trois quarts des hôtels et la totalité des bâtiments sont

réalisés en pans de bois hourdés et enduits au plâtre, ceci touche également près des 95% des constructions neuves et des reconstructions [4].

Le plâtre est utilisé soit directement en enduit, ou bien en élément préfabriqué, carreaux ou plaque (couche de plâtre entre deux cartons). C'est un matériau particulièrement adapté à une utilisation en intérieur, grâce à ses propriétés d'isolation thermique, acoustique et sa résistance au feu [4].

I.2 Le Gypse

I.2.1 Définition

Le gypse ou « pierre à plâtre » appelé aussi d'hydrate est un sulfate de calcium hydraté appartenant à la famille des évaporites roche blanche, d'aspect mat, finement cristallin, tendre (rayable à l'ongle) il désigne l'espace minérale naturel de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ cette même formule s'applique en outre à la phase artificielle que constitue le gypse cuit et réhydrate, obtenu à partir des produits de cuisson mis en présence d'eau, ainsi qu'aux gypses synthétiques. Ces derniers, appelés également gypses chimiques ou résiduaux, sont des sous-produits résultant de la fabrication de l'acide phosphorique (phosphogypse), de l'acide fluorhydrique (fluorogypse) de l'acide borique (borogypses) ou d'autres produits (organogypses, titanogypses, sulfogypses, sodogypses, gypse salin, etc.) [5].

Le gypse se cristallise dans le système monoclinique. A l'échelle de la molécule, il présente une structure feuilletée dans laquelle alternent une couche d'eau et deux couches de sulfate de calcium. Le gypse naturel peut se présenter sous différentes formes (figure I.1) plus ou moins pures :

- Forme macro-cristallisée : sélénite, gypse lenticulaire, en rosettes, etc.
- Forme micro-cristallisée ou granulaire : albâtre, gypse saccharoïde, fibreux, pulvérulent, etc [06].

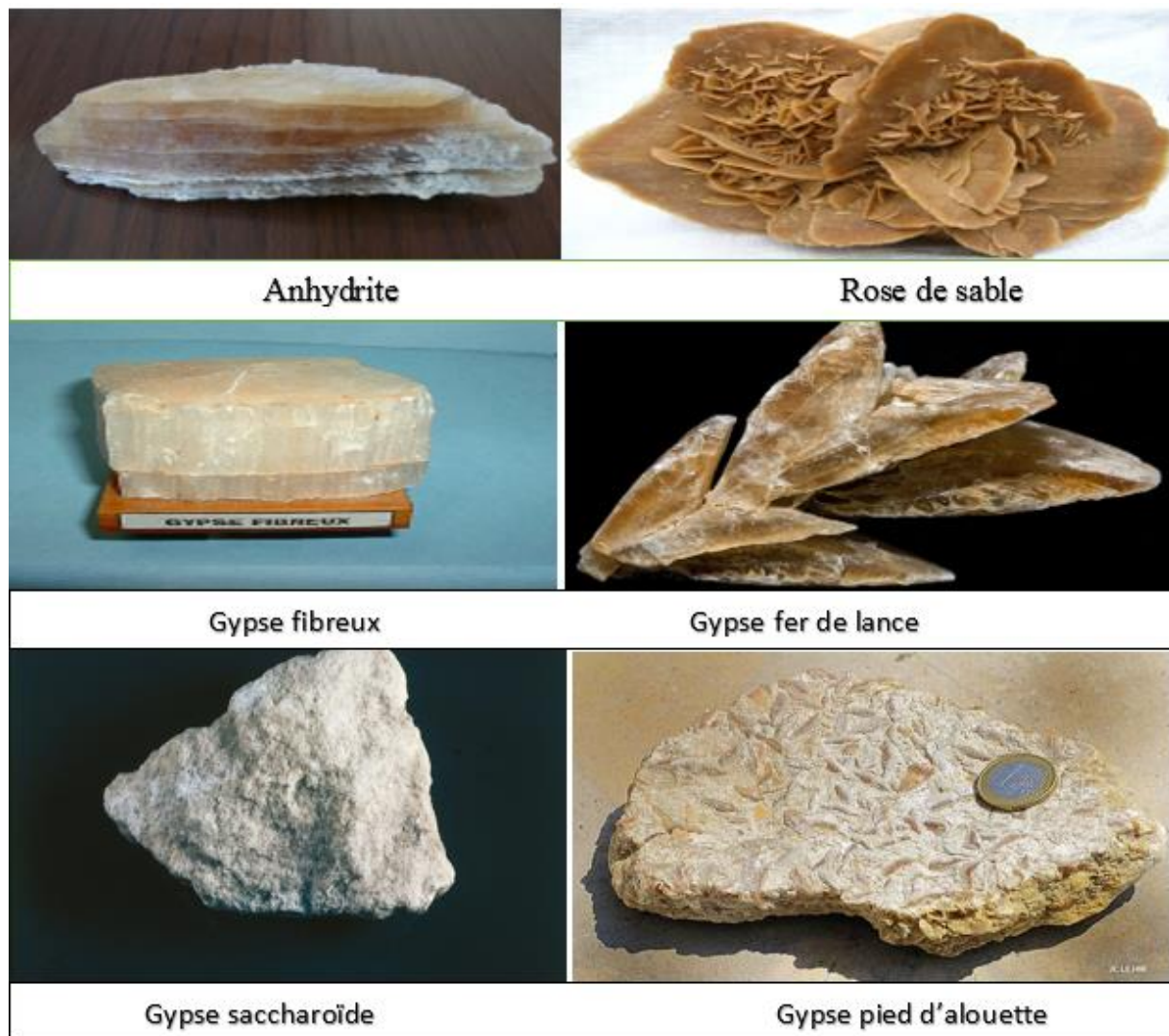


Figure I.2 : Différentes formes de cristaux de gypse. [6]

Le gypse exploité dans l'industrie plâtrière se présente essentiellement sous l'aspect d'une roche parfois assez compacte, ou à grains fins, bien souvent sans particularités cristallines apparentes. Le gypse est rarement pur et se trouve mélangé à des impuretés en nombre et en proportions variables d'une carrière à une autre. Il s'agit essentiellement de calcaire, d'argile, de Silice, de dolomie, d'anhydrite naturelle, etc [7].

Le gypse issu de la réhydratation du plâtre se présente sous forme de cristaux, en général bien définis, en aiguilles plus ou moins allongées, il est caractérisé par une porosité importante due au séchage de l'eau utilisée nécessairement lors du gâchage [8].

I.2.2 Caractéristique de gypse

I.2.2.1 Caractéristique minéralogique

Le gypse cristallise dans le système cristallin monoclinique (A2/a) la représentation schématique de la maille élémentaire du système monoclinique est en figure I.3 [9].

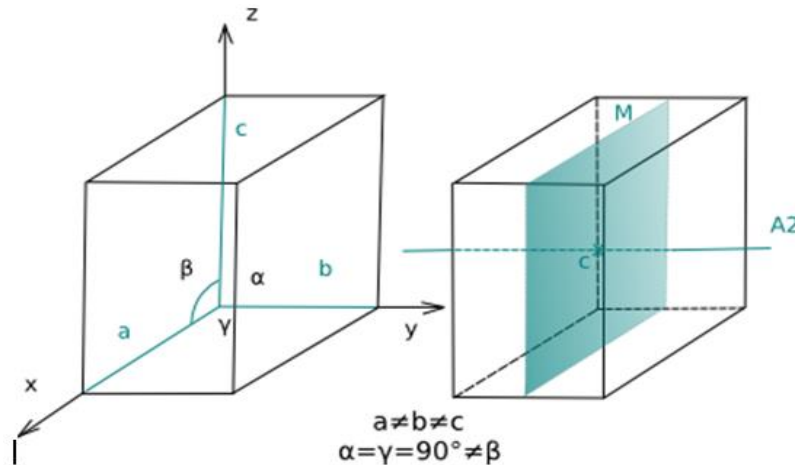


Figure I.3 : Représentation schématique de la maille élémentaire du réseau cristallin monoclinique du gypse. [9]

- Le cristal de gypse présente un clivage parfait (010) où les fractures obtenues sont lisses, et deux autres clivages secondaires (100) et (011), où les fractures sont respectivement fibreuses et conchoïdales.
- Couleur : incolore, mais aussi de blanc à gris pâle, grise parfois verdâtre, rougeâtre, jaune, vert, orange, rosé, la coloration ordinaire à teintes claires s'accroissant avec sa massivité [10].
- Il est très tendre, sa dureté est de 1,5 à 2 sur l'échelle de Mohs, il est rayé par l'ongle.
- Casseur : irrégulière, micacée, esquilleuse, parfois conchoïdale ou fibreuse.
- Habitus : cristaux bien développés, tubulaire ou plats, allongés parfois au-delà du mètre, lenticulaires, prismatique, souvent maclés, associés en rosettes ou rose ; mais le plus souvent en forme massive, lamellaires ou fibreux, en amas cristallin plus ou moins grossier et plus ou moins fins [11].
- Traits : blanc
- Eclat : vitreux à soyeux, nacré à chatoyant, du vitreux à mat pour les variétés compactes, souvent perlé et nacré sur les faces ou surfaces du clivage, parfois fibreux pour les variétés fibreuses ou simplement terne et terreux.

- La structure du gypse est définie comme étant une structure réticulaire simple constituée par des feuillets tétraèdres de forme anionique SO_4^{2-} (le soufre au centre et les oxygènes aux sommets), étroitement liés entre eux par des cations Ca^{++} , et des molécules d'eau qui assurent la liaison et la cohésion entre les feuillets (Figure I.4) [12].

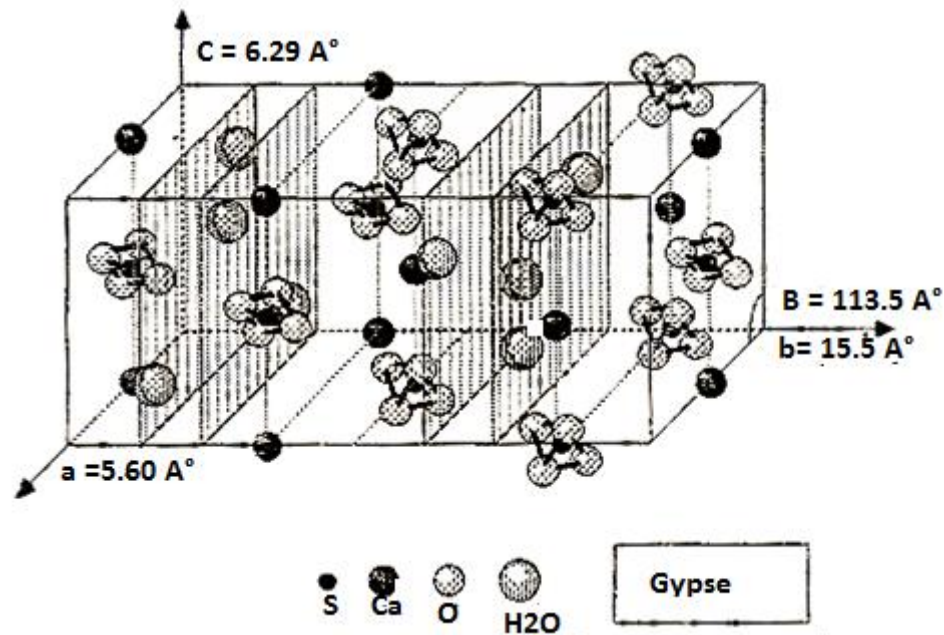


Figure I.4 : Structure cristalline du gypse [10].

- Densité 2,31-2,33 [13].

I.2.2.2 Caractéristiques chimiques

Le gypse et l'anhydrite sont des sulfates de calcium de formule chimique, à l'état pur Le gypse : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [13 ;11]

- CaO: 32.6%
- SO_3 : 46,5%
- H_2O : 20,9%.

Anhydrite: CaSO_4 [13].

- CaO 41.2%
- SO_3 58.8%

- La solubilité s'exprimée en gramme de sulfate de calcium (CaSO_4) dans 1000 g d'eau pure la figure I.5 montre que la solubilité du gypse passe par un maximum de 2,1 g/l environ de 38°C pour retomber à 1,69 à 100°C, la solubilité diminue aux températures supérieures à 107°C par suite de la formation de demi hydrate Comportement chimique flexible, mais non élastiques, à ténacité friable, sans réaction [14].

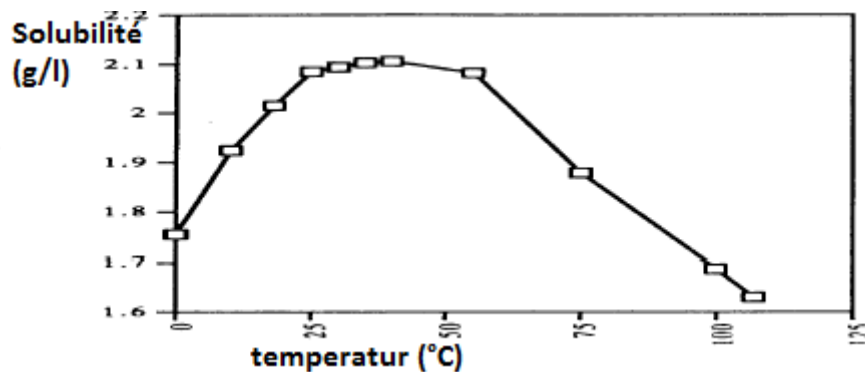


Figure I.5 : Variation de la solubilité de gypse en fonction de la température [14].

- PH de 7 à 8,5 [15].

I.2.2.3 Caractéristique optiques

- Indice de réfractaire : 1,522
- Pléochroïsme : aucun
- Fluorescences ultraviolettes : jaune, orangée, bleu ouvert sous U.V. long ; phosphorescence blanche verdâtre sous UV. La fluorescence et phosphorescence sont plus marquées après chauffage [13].
- Transparence : transparent à translucide, translucide à opaque (il est opaque pour certaines variétés grenues) [15].

I.2.3 Mode de formation de gypse

Le gypse appartient à la famille des évaporites ; il peut cependant, très exceptionnellement se former « par sublimation directe à partir de fumerolles ou par précipitation dans des sources chaudes d'origine volcanique » La famille des évaporites comprend principalement [16]

- Le gypse ($\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$) et l'anhydrite (CaSO_4) ;
- Le sel gemme ou halite (NaCl) et le sel de potasse ou sylvite (KCl).

Ces différents minéraux correspondent à des domaines de précipitation définis qui dépendent de la température et du volume d'eau résiduelle. Si l'on supposait un bassin rempli d'eau de mer qui viendrait à s'isoler de l'océan tout en ne bénéficiant, par ailleurs, d'aucune recharge en eau douce, on observerait la séquence d'évaporation complète suivante, illustrée par la figure I.6 [15 ;16].

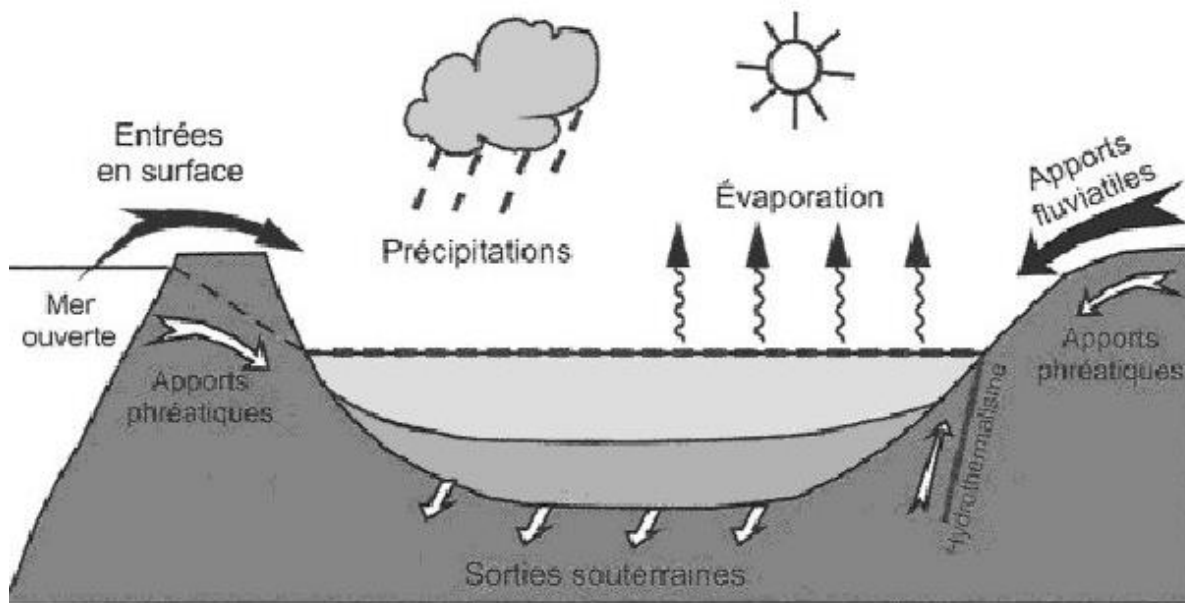


Figure I.6 : Formation de gypse [6]

Il existe trois principaux modes de formation du gypse et de l'anhydrite

I.2.3.1 Précipitation des solutions salines

Le gypse et l'anhydrite sont parmi les premiers minéraux qui précipitent des solutions salines quand elles s'évaporent progressivement dans des conditions naturelles, ils peuvent se déposer en grande quantité lorsque l'eau de mer ou des lagunes s'évaporent et pour cette raison ils sont souvent associés à des dépôts salins. Au début de l'évaporation de l'eau de mer, le premier sel qui se sépare est le carbonate de calcium, puis si l'évaporation se poursuit, apparaîtra le sulfate de calcium.

Beaucoup de dépôts de gypse sont nés de l'hydratation de l'anhydrite ; certains, cependant, furent, dès l'origine, déposés sous forme de gypse [15].

I.2.3.2 Action chimique sur les pierres calcaires

Le second mode de formation du gypse relève de la genèse de l'acide sulfurique et des sulfates dans les roches initiales soit par décomposition de minéraux sulfurés tels que les pyrites ou par introduction directe de composés sulfurés accompagnant l'activité volcanique. Ils peuvent alors agir sur les sels de chaux en solutions ou sur la pierre à chaux pour donner du sulfate de calcium [16].

I.2.3.3 Désagrégation et accumulation mécanique

D'après le troisième mode de formation, le sulfate de calcium sableux, formé par la désintégration des dépôts existants de gypse ou d'anhydrite peut être transporté et concentré par le vent sous forme de dunes [16 ;17].

I.2.4 Exploitation des gisements

Le gypse n'affleure que rarement sur la surface du sol, il est toujours recouvert de stériles (argiles, sables, marnes, etc.) Il existe deux types d'exploitation d gypse selon les conditions économiques, environnementales, et les caractéristiques morphologiques du gisement.

I.2.4.1 Exploitation souterraine

Elle a l'inconvénient majeur de faire perdre une grosse partie du gisement (environ 50%), de ne pas permettre l'utilisation d'engin puissant pour l'extraction et le transport et d'interdire l'utilisation du sol pour la construction. Elle a, cependant, l'avantage de distribuer en fabrication un gypse d'humidité faible, sensiblement constant et jamais souillé par d'éventuelles coulées de stériles, entraîné par les eaux de ruissellement [18 ;19].



Figure I.7: Exploitation en galerie [18]

I.2.4.2 Exploitation à ciel ouvert

Elle permet l'exploitation complète du gisement. Supprimant le relief, elle supprime du même coup le problème de l'utilisation du sol de couverture. Elle est compatible avec l'utilisation des moyens modernes et puissants d'abattage, d'extraction et de transport. Cependant, on livre avec ce genre d'exploitation un gypse d'humidité variable, risquant parfois d'être souillé par les argiles entraînées par les eaux de ruissellement. La plupart du temps, la motivation du choix du type d'exploitation est liée au rapport de l'épaisseur de la couche de stériles, à l'épaisseur et à la capacité du gisement de gypse [18 ;19].



Figure I.8 : Gypse de carrière [19]

I.2.5 Les modes de traitement de gypse

Les modes de traitement de gypse sont différents selon le type de produit désiré, après le concassage et le criblage, qui permettent d'obtenir un matériau à granulométrie inférieure à 25 mm si besoin et, une phase de séchage effectuée par gaz chaud pour faciliter la cuisson. Il y a d'autres gypses qui nécessitent l'usage des méthodes de flottation ou de lixiviation pour les purifier [19].

Le gypse concassé peut servir de matière première pour l'industrie. Les gypses de pureté élevée se prêtent à un broyage fin, pouvant être inférieur à 12 μm , pour une utilisation comme charge minérale.

Dans les usines situées près des carrières, le plâtre est préparé de la façon suivante :

- Cuisson par voie sèche en fours tournant horizontalement ou verticalement ou en fours statiques, à des températures allant de 120 à 450°C, ce qui permet d'obtenir des plâtres d'utilisation courante, dont les bases sont l'hémi-hydrate (β) et le surcuit.

- Cuisson par voie humide sous pression de vapeur d'eau saturante en autoclave, ou sous pression atmosphérique en solution saline à point d'ébullition supérieur à 100°C, donnant l'hémi-hydrate (α), à la base des plâtres spéciaux pour moulage.

Après cuisson, des opérations de refroidissement, de broyage, éventuellement de mélange, puis de stockage en silo sont réalisés permettant d'obtenir différentes catégories de plâtre. Le conditionnement pour livraison se fait en sacs, et le plâtre peut être transporté en vrac par camion ou wagons citerne [20].

I.2.6 Secteur d'utilisation du gypse

Le gypse est largement utilisé dans de nombreux domaines industriels, c'est la fabrication du plâtre qui est la plus grosse consommatrice du gypse.

En Algérie

75% pour la fabrication du plâtre et 25% dans les ciments

- Cimenteries : le ciment contient de 3 à 5 % de gypse qui sert de régulateur de prise, soit une consommation nationale de l'ordre de 39 millions de tonnes/ans.
- Autre utilisation (de consommation faible) : amendement agricole, industrie du papier, des peintures, traitement des eaux, construction dans les régions sèches [21].

Dans le monde

La fabrication du plâtre dépend de la teneur en gypse et du degré de sa pureté, dont la qualité est revirée par la teneur en SO_3 qui doit être $>40\%$, Parmi les impuretés nocives sont : K_2O , MgO et Na_2O .

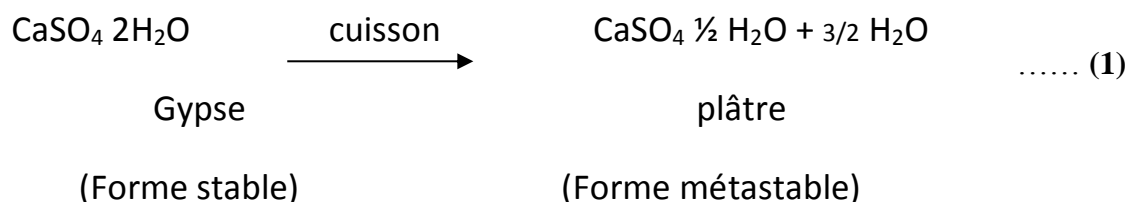
- Les ciments : l'utilité dans la fabrication de ciment, le gypse doit répondre aux paramètres chimiques suivant :
 - SO_3 total $< 5\%$ pour le ciment de laitier à clinker,
 - SO_3 total $< 4\%$ pour les autres ciments [22].
- Chimie et produits pour charge : le gypse doit être pur à plus de 90% pour servir comme charge, il est micronisé jusqu'à 1.4 μm , il doit avoir un indice de blancheur élevé (96-97%), un indice réfractaire de 1,52-1,58 [22].
- Agriculture et engrais : le degré de pureté est de 50% minimum pour le gypse [23].

- Alimentation et pharmacie : dans le secteur d'activité les spécifications de pureté sont les plus strictes. Le gypse de pureté de 90% [24].
- D'autres utilisations : en verrerie, il faut du gypse ou de l'anhydrite de bonne pureté [24].

I.3 Plâtre

I.3.1 Généralité

Le plâtre est un liant hydraulique connu depuis l'antiquité. Il est fabriqué à partir d'une roche blanche et tendre à l'aspect de sucre (le gypse), un sulfate de calcium hydraté. L'eau représente 21 % de cette pierre et c'est par sa déshydratation partielle lors d'une cuisson qu'on obtient le plâtre. Le gâchage consiste à réhydrater la poudre de plâtre, ce qui entraîne une prise rapide (quelques minutes). La réaction de déshydratation du gypse s'écrit : [25]



Le plâtre est un bon isolant thermique ; poreux, il absorbe et restitue très rapidement l'humidité de l'air mais se dégrade dans les endroits humides, il oxyde les métaux ferreux ce qui oblige de galvaniser (recouvrir d'une couche de zinc) les armatures d'acier, qui sont en contact avec lui. C'est un bon matériau de protection contre le feu du fait qu'il est capable d'absorber une grande quantité d'énergie calorifique pour opérer des transformations chimiques internes accompagnées de dégagement de vapeur d'eau, le tableau I.1 ci-dessous montre les différents corps que l'on rencontre dans le système $\text{CaSO}_4\text{H}_2\text{O}$, ainsi que les différents modes de formation de ces corps. Entre ces deux états stables, les sulfates de calcium industriels, résultant de la cuisson du gypse, existent sous des formes hydratées variables. Celles-ci se distinguent par leur structure cristalline et leur réactivité. Elles sont obtenues dans des conditions de cuisson (température, pression de vapeur d'eau) bien spécifiques [26 ;27].

Il faut signaler l'existence présumée de pseudo hydrates ou hydrate primaires ($\text{CaSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O} (x > 2)$), décrits comme étant une phase transitoire instable, apparaissant dans les premiers instants de l'hydratation du plâtre [27].

Tableau I.1 : les différents corps que l'on rencontre dans le système $\text{CaSO}_4\text{H}_2\text{O}$. [28]

| Phase | $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ forme α | $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ forme β | CaSO_4III | | CaSO_4II |
|--------------------------------------|---|---|--|---|--|--------------------------|
| Désignation | Sulfate de chaux dihydraté gypse | Sulfate de chaux demi-hydraté plâtre α | Sulfate de chaux demi-hydraté plâtre β | Sulfate de chaux anhydres | | |
| | | | | Anhydrites soluble Anhydrites III | Anhydrite naturel Anhydrite II | Anhydrite I |
| Teneur en eau % | 20,92 | 6,2 | 6,2 | 0 | 0 | 0 |
| Masse volumique (Kg/l) | 2,31 | 2,76 | 2,62 à 2,64 | 2,58 | 2,93 à 2,97 | 2,97 |
| Volume moléculaire (cm^3) | 74,5 | 52,4 | 55,2 | 52,8 | 46,4 – 45,8 | 47,8 |
| Masse moléculaire (g) | 172,17 | 145,15 | 145,15 | 136,1 | 136,1 | 136,1 |
| Système cristallin | Monoclinique | Rhomboédrique | | Hexagonal | Rhomboédrique | Cubique |
| Stabilité | Stable | Métastable | | Métastable | Stable | Instable |

I.3.2 Les semi-hydrates

I.3.2.1 Définition

Ils sont également appelés hémihydrate ou semi-hydrate. De formule $\text{CaSO}_4 \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$, ils cristallisent dans le système pseudo-hexagonal. Les semi-hydrates sont assimilables à des solutions solides d'insertion de l'eau dans le sulfate de calcium anhydre. Le semi hydrate $\text{CaSO}_4 \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ ne serait qu'une forme particulière de solution solide Ils constituent la première étape dans l'opération de déshydratation du gypse, les semi-hydrates résulte de la cuisson de gypse dans des fours industriels. A une température variante, Selon les conditions de pression et de vapeur d'eau imposées [28].

Si la pression de vapeur d'eau est inférieure à 0,1 Mpa cuisson par voie sèche cette dernière est pratiquée pour obtenir la plus grande partie du plâtre. Grâce à des températures variant entre 110°C à 180°C dans des fours discontinus à chauffage indirect. Il est composé de 94% de CaSO_4 et 6% de H_2O de cristallisation. Le semi-hydrate β est floconneux à fissures écailleuses, est plus soluble dans l'eau avec laquelle il forme des mélanges épais mais peu résistants. Il demande une quantité d'eau de gâchage importante (70%, au lieu de 35% pour la variété α , à finesse égale), par conséquent son temps de prise est plus long que le plâtre α . La figure I.9 montre le cas de la cuisson dans un four rotatif [29].

Procédé du four rotatif : On trouve deux types de fonctionnements possibles : les gaz chauds circulent dans le même sens que le gypse, ou les gaz chauds circulent en sens inverse du gypse. On trouve également des fours où les gaz et le gypse ne circulent pas dans la même enceinte, mais chacun, dans une enveloppe séparée la plupart du temps, composée de tubes. L'enceinte de cuisson se compose d'un tube tournant autour de son axe et légèrement incliné sur l'horizontale (environ 5%). Le gypse est introduit en continu à une extrémité, à l'opposé se trouve un brûleur. Le cylindre incliné en tournant permettra au gypse de progresser en direction du brûleur au fur et à mesure de sa progression, la température du gypse s'élèvera pour atteindre près de la sortie sa température de cuisson finale [29].

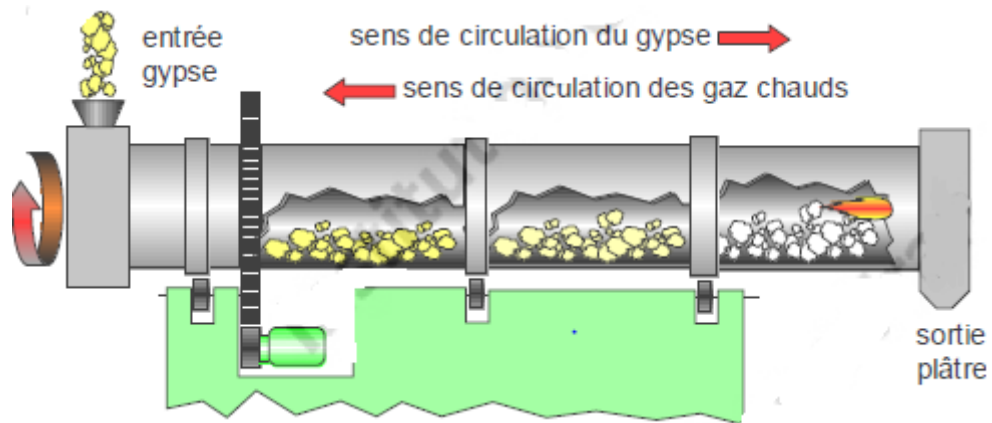


Figure I.9 : Le four rotatif [29]

Si la cuisson effectuée en milieu aqueux (voie humide) à une température supérieure à 100°C, soit en autoclave sous pression (2 à 12 atmosphères), soit dans une solution saline concentrée. Ce procédé est utilisé pour obtenir le semi-hydrate α , qui est compact, cristallin, faiblement soluble dans l'eau avec laquelle il donne des produits fluides. Il fait l'objet d'une faible production (plâtre dentaire) et possède de fortes résistances mécaniques. Figure I.10 montre le cas de la cuisson en autoclave l'obtention de semi hydrate α à partir de gypse en morceaux. Le gypse empilé sur des wagonnets est introduit à l'intérieur d'un autoclave horizontal. On met l'autoclave en pression à l'aide de la vapeur provenant d'une chaudière. L'intensité de la pression, la durée d'application de cette pression sont fonction de la dimension des morceaux. À la fin de la cuisson, la vapeur est évacuée, l'autoclave s'ouvre, le plâtre obtenu est concassé, séché et livré. On peut également descendre un panier rempli de gypse dans un autoclave vertical. Obtention de semi hydrate α à partir de gypse finement broyé [30].

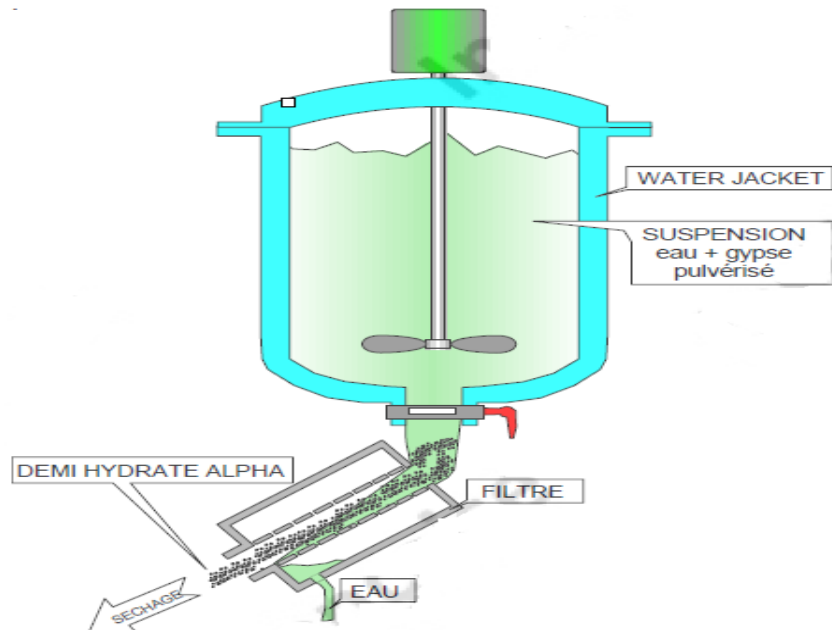


Figure I.10: la cuisson en autoclave [30]

Le semi hydrate α se présente sous forme de cristaux bien formés. Si le chauffage a lieu à l'air sec sans eau, on parle dans ce cas de préparation par voie sèche, on obtient la forme β du semi hydrate. Le départ d'eau du gypse est violent et le semi hydrate β cristallise mal (la figure I.11) permet de comparer les deux formes de semi hydrate ainsi obtenues [31].

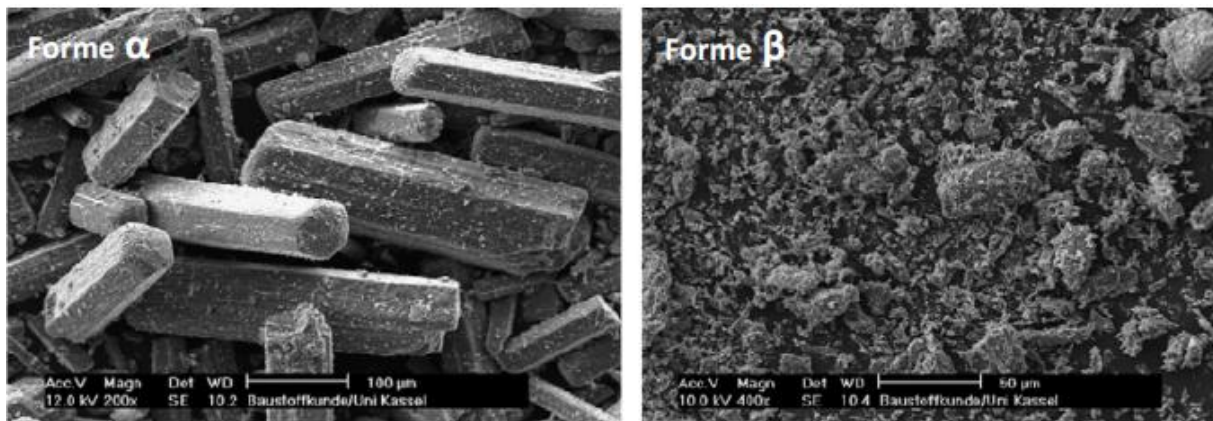


Figure I.11 : les deux formes de semi hydraté au MEB [31].

Semi hydrate β se présente sous forme de particules floconneuses d'où un taux de porosité assez élevé, des propriétés mécaniques plus faibles et une plus grande surface spécifique que la forme α ce qui entraîne une vitesse d'hydratation plus rapide pour le semi hydrate β . Une étude menée par Lewry et Williamson [31] pour un rapport eau/plâtre de 0,6 montre effectivement

que la forme α présente une vitesse d'hydratation plus faible et un temps d'induction plus court que la forme β . C'est pour cette dernière raison que la forme β du plâtre est souvent préférée dans le milieu industriel [31].

I.3.2.2 traitement après cuisson

Après cuisson, on procède à la réduction, à la finesse définitive. En effet, les plâtres à mouler ont un diamètre maximum qui ne dépasse pas les 100 microns. Pour les plâtres sortant des appareils de cuisson avec un diamètre de 6 à 20 mm, on procède à un stockage préalable au broyage. Ce stockage est parfois appelé post cuisson. On peut supposer en effet qu'il permet une homogénéisation des températures entre le cœur et la surface des grains, donc une homogénéisation de la teneur en eau de cristallisation résiduelle [32 ;33]

I.3.2.3 Les propriétés chimiques et physiques de plâtre semi hydrate

➤ Les semi-hydrates α

- Les semi-hydrates α sont compacts et cristallins.
- Leurs solubilités dans l'eau sont inférieures à celle du composé β
- Le contact avec l'eau donne un mélange fluide.
- Ce sont des constituants de très hautes qualités, utilisés particulièrement, comme plâtre dentaire.
- Ils possèdent une grande résistance mécanique.
- Leur temps de prise est inférieur à celle des semi-hydrates β [34 ;35].

➤ Les semi-hydrates β

- Ils sont floconneux et ils présentent des fissures écailleuses
- Leurs solubilités dans l'eau sont supérieures à celle de composé α
- La combinaison avec de l'eau donne un mélange plus épais.
- Ils nécessitent une grande quantité d'eau pour le gâchage.
- Leur temps de prise est plus long.
- Ils possèdent une faible résistance mécanique (10 fois moins que les semi-hydrates α)
- Ils sont considérés comme un constituant essentiel de plâtre préfabriqué [35].

I.3.3 Les caractéristiques générales de plâtre

Le plâtre est un matériau qui forme une pâte capable de sceller en durcissant (prise du plâtre), lorsqu'on le mélange avec l'eau. Isolation thermiques et phonique, résistance au feu

perméable à la vapeur d'eau, il régule le taux d'hygrométrie (par absorption et restitution de l'humidité) :

- Prise : lors que l'on gâche du semi hydraté avec de l'eau, il s'y combine pour revenir au dihydrate original par une réaction rapide s'accompagnant d'une forte élévation de température et d'une légère augmentation de volume, c'est le phénomène de prise.
- Durée de prise : est celle qui correspond au temps pendant lequel le plâtre présente une consistance pâteuse et donc à son temps d'emploi, le mécanisme de la prise explique qu'elle ne soit pas instantanée, qu'elle varie avec la constitution du plâtre [36].
- Résistance au feu le plâtre est un matériau incombustible, classée en premier dans le règlement français (aucune contribution à l'incendie, lorsqu'il ne contient pas plus de 1% en masse ou en volume de matière organique répartie de manière homogène). L'eau contenue dans le plâtre ($\text{CaSO}_4(\text{H}_2\text{O})_2$) en se vaporisant au cours d'un incendie, absorbe ainsi la chaleur et retarde la montée en température au cours d'un incendie, le plâtre ne libère pas de produit toxique, mais seulement de la vapeur d'eau [37 ;38].
- Résistance thermique : le plâtre est un bon isolant thermique car c'est un mauvais conducteur de chaleur, cette propriété est due à la structure poreuse du plâtre, qui résulte du départ de l'eau lors du séchage. L'isolation thermique est caractérisée par le coefficient de conductivité thermique $\lambda = 0,35 \text{ W/m.K}$ pour le plâtre en moyen (λ varie avec la masse volumique et la teneur en eau) [39].
- Résistance mécanique : la dureté du plâtre varie d'environ 55 à 80 sur l'échelle Shore, elle dépend de la proportion d'eau utilisée lors du gâchage de la qualité de cette eau et du plâtre ainsi qu'à la température et vitesse de séchage [40].
- Recyclabilité, recyclage : le plâtre est un matériau théoriquement totalement et indéfiniment recyclable une fois nettoyé et sec, il retrouve les caractéristiques du gypse roche originelle il peut alors être recuit pour être préfabriqué, à condition que les déchets de plâtre soient correctement triés et ne contiennent pas trop d'additifs [40].
- Isolation acoustique : le plâtre joue un rôle délicat dans domaine de l'acoustique, grâce à son aptitude au moulage, à la préfabrication comme à la constitution d'éléments décoratifs à reliefs, se prête à la réalisation de panneaux, de structures architecturale ou ornementales capable de supprimer ou d'atténuer les réverbérations gênantes des bruits ou des sons émis dans une pièce, le coefficient d'absorption phonique (coefficient de sabine) [41].

- Action a l'humidité : l'action de l'humidité qu'elle soit atmosphérique par ruissellement ou par capillarité, est nuisible au plâtre [42].

I.3.4 Qualité de plâtre

Les qualités du plâtre courant sont les suivantes :

- La régularité ;
- La coulabilité ;
- La vitesse de durcissement ;
- La stabilité dimensionnelle ;
- La résistance mécanique ;
- La capacité d'absorption d'eau et la vitesse de diffusion de l'eau.

I.3.5 Les types du plâtre

Suivant les applications, différents types de plâtres vont être utilisés

- Plâtre de construction (enduit traditionnelle pour le bâtiment ...etc.)
- Enduits allégés spéciaux (résistance au feu ou isolants thermique et phonique)
- Plâtre de surfacage, (plâtre à briqueter obtenu à haute température)
- Plâtre pour les éléments de préfabriqué (carreaux de cloison, décoration ...etc.)
- Plâtre à mouler (staff, les arts, plastique...etc.)
- Plâtre médicaux (plâtre dentisterie ou chirurgie...etc.)
- Liant de montage ou de finition [45 ;46].

I.4 Les anhydrites

I.4.1 Définition

L'anhydrite naturelle de formule chimique CaSO_4 figure I.12 se rencontre dans les formations gypseuses et salifères, ou dans certains gites métallifères. On considère qu'elle s'est formée comme le gypse par évaporation de l'eau de mer, mais elle peut également résulter d'une déshydratation lente du gypse sous l'effet d'une pression importante lors de plissements géologiques. L'anhydrite est aussi obtenue à des températures élevées lors de la cuisson du gypse selon la température de cuisson du gypse, on peut obtenir les anhydrites I, II ou III qui représentent des structures cristallographiques différentes. [47]



Figure I.12 : L'anhydrite [47]

I.4.2 L'anhydrite III ou anhydrite soluble

L'anhydrite III constitue l'étape intermédiaire entre les semi-hydrates et l'anhydrite II. Sa formule, $\text{CaSO}_4, \varepsilon\text{H}_2\text{O}$, indique qu'elle contient une proportion faible et variable d'eau liée ($0,06 < \varepsilon < 0,11$) [48].

La déshydratation des différents semi-hydrates en anhydrite III n'est pas sensiblement affectée par l'état de cristallisation, et l'existence des formes α et β de l'anhydrite III n'est pas clairement démontrée, bien que les chaleurs d'hydratation de ces deux produits soient différentes [48].

L'étude de cette phase est rendue complexe par la difficulté de l'obtenir sous sa forme pure. L'anhydrite III est instable et très avide d'eau, sa transformation en semi-hydrate au cours d'une réaction appelée réversion [49].



Si l'anhydrite soluble peut être obtenue en laboratoire à température assez faible (100 °C) sous vide, il faut atteindre industriellement des températures de matière de l'ordre de 180 °C et plus, pour avoir dans le mélange des proportions importantes de cette phase (les conditions industrielles sont variables selon la préparation granulométrique de la poudre et la tension de vapeur ambiante) [50].

I.4.3 L'anhydrite II, dite insoluble

L'anhydrite II (CaSO_4) est une phase définie dans le système cristallin orthorhombique. Elle s'obtient industriellement par cuisson du gypse à des températures allant de 300° C à 700°C, et prend le nom de surcuit. Selon la température de cuisson, le produit obtenu sera plus ou moins réactif vis-à-vis de l'eau. La cinétique d'hydratation étant très lente pour un surcuit obtenu au-delà de 700°C (cuit à mort).

Cette phase existe dans la nature sous la même forme cristalline (anhydrite naturelle) mais sous l'aspect d'une roche très compacte et plus dure que le gypse. Vis-à-vis de l'eau, l'anhydrite II est obtenue par cuisson et l'anhydrite naturelle ont un comportement identique, ces deux substances ne diffèrent que par leur vitesse d'hydratation, en raison de leur état de surface et de leur porosité différente [50 ;51].

I.4.4 L'anhydrite I

L'anhydrite I ou anhydrite haut température (ou encore anhydrite α) s'obtient par cuisson aux environs de 1200 °C, cette variété existerait réellement comme phase définie mais non comme phase pure. Elle est toujours contaminée par de l'oxyde de calcium conséquence d'un début de dissociation thermique de CaSO_4 . En effet l'anhydrite se décompose à température élevée pour conduire à $\text{CaO} + \text{SO}_2/\text{SO}_3$. Cette réaction est très sensible à la présence de substances étrangères (silice, alumine, oxydes de fer, argiles, Carbone, etc.), lesquelles abaissent la température de dissociation [52].

L'anhydrite I n'a jamais pu être observée à température ordinaire, car le refroidissement en dessous de 1200 °C conduit à la transformation en anhydrite II [53].

I.5 Plâtre médical

I.5.1 Définition

Le plâtre médical est un plâtre issu du gypse naturel mais qui possède des propriétés bien précises pour permettre de l'utiliser dans le domaine médical comme immobilisation osseux, ou comme plâtre dentaire ou après l'association de plâtre avec le gaze en formant des bandes plâtrées pour l'immobilisation, et chacun de ces trois domaines préfèrent des propriétés plus ou moins différentes de l'autre [54].

I.5.2 Les types du plâtre médical

I.5.2.1 Le plâtre pour empreinte (tendre)

Ce type de plâtre utilisé pour la coulée d'empreintes d'étude (figure I.13) ou d'alcades antagonistes mais il reste mieux indiqué pour les montages en articulateur [55].



Figure I.13 : Plâtre à empreintes [55]

I.5.2.2 Plâtre dentaire

Il est fabriqué en réduisant le gypse en fine poudre et en le chauffant à l'air libre (c'est un chauffage rapide et direct) la poudre résultante est constituée de particules irrégulières et d'agréats poreux. Selon des compositions très variées, les plâtres interviennent dans toutes les étapes en chirurgie dentaire. Une norme définit les plâtres suivant leur application, leur dureté et leur expansion [55].

Le prothésiste réalise une copie de la mâchoire en plâtre (modèle) dans l'empreinte transmise par le dentiste (figure I.14). Pour cela le plâtre est gâché à la main ou mécaniquement en une pâte épaisse, puis coulé sur table vibrante. La partie de la dentition qui doit être modifiée est alors découpée finement et extraite du modèle.

Figure I.14 : Plâtre dentaire [55]

I.5.2.3 L'immobilisation orthopédique des os

Il s'agit de faire une réduction de la fracture par manœuvre externe et d'immobiliser le membre dans le plâtre (botte plâtrée), (figure I.15) l'avantage théorique est de ne pas ouvrir les foyers de fracture, (pas de risque d'infection) [56].

**Figure I.15 : Plâtre d'immobilisation [56]**

I.5.2.4. La bande plâtrée

La bande plâtrée est un pansement figure I.16 rigide fait de compresses enduites de plâtre, ces bandes sont moulées puis appliquées de façon à prendre la forme de la région anatomique, pour maintenir, les fragments osseux dans leurs rapports normaux jusqu'à la formation d'une cale osseuse solide.

La fonction de la bande plâtrée est d'immobiliser, de maintenir les fragments osseux en place, pour assurer une immobilisation totale du membre. Est nécessaire jusqu'à ce que le plâtre soit durci, ce qui prend au moins une heure [57].



Figure I.16 : Bande plâtrée [57]

I.5.2.5 Les plâtres cosmétiques

Ce plâtre est utilisé pour tout soin de beauté. La réaction exothermique (dégagement de chaleur) du plâtre pendant sa prise est utilisée pour les « masques de beauté » dans les instituts de beauté figure I.17. Le plâtre, spécifiquement formulé, est gâché en une crème épaisse, puis déposé sur le visage isolé par une fine bande de gaze. La prise est rapide (6 à 10 min.) et la chaleur dégagée permet l'ouverture des pores de la peau et la fixation des impuretés par le plâtre tout en stimulant la circulation. À la fin du traitement (environ 30 min.), le masque est ôté et un massage adapté permet de rendre au visage un excellent aspect [57].



Figure I.17 : Plâtre cosmétique [57]

I.5.3 Propriétés du plâtre médical

- Précision dimensionnelle : certains plâtres nécessitent une précision dimensionnelle, avec un coefficient d'expansion inférieur à 0,1% du même ordre que les résines polyuréthanes.
- Résistance à l'abrasion : demeure la propriété la plus faible du plâtre

- Absence de nuisance : le plâtre et ses constituants semblent être innocuité pour l'utilisateur durant leur usage, le plâtre est sans danger avéré durant toutes les étapes de sa manipulation.
- Compatibilité avec les matériaux d'empreintes : c'est une explication à sa large utilisation en prothèse scellée pour la coulée de modèle.
- Influence de la couleur : cette notion d'influence de la couleur est assez subjective car le choix de la couleur du plâtre dépend de la préférence de chacun.
- Facilité de manipulation, rapidité de préparation : l'usage de plâtre pierre offre un protocole de mise en œuvre relativement aisé, reposant essentiellement sur un rapport eau/poudre adéquat, un malaxage complet, une coulée fine [58 ;59].

Partie II : description de gisement de la carrière de **boudjellil**

I.6 Situation géographique et contexte géologique

I.6.1 situation géographique

Le gisement de gypse de boudjellil se trouve à 2 Km au sud de la commune portant le même nom et à 5 Km à l'Est de la ville de Benimansour.

Administrativement ce gisement appartient au territoire de la wilaya de Bejaia (Algérie) Les coordonnées géographiques du centre sont :

$$X = 653.40, Y = 338.45, Z = 550.0$$

Il figure sur la même feuille de la carte au 1 : 50.000n°90 Benimansour figure I.18.

Le gisement est situé dans le complexe de l'Atlas Tellien avec un relief montagneux. Il y a de larges plans encadrés par des crêtes allongées du nord à l'Est.

Le réseau fluvial est faiblement développé. Il n'y a que des oueds qui sont en été sec.

Le climat est continental en été sec et aride en hiver froid et pluvieux. [60]

I.6.2 géologies de la région

Géologiquement la région à étudier fait partie de la zone miogéocyclinale tellienne. On y voit de nombreux anticlinaux se poursuivant en direction sublatitudinale ; certains d'entre eux font continuation à d'autres ; d'autres se disposent en échelon. Les terrains quaternaires, miocènes et crétacés y sont largement répartis. Quant aux dépôts jurassiques, triasiques et carbonifères, ils jouissent d'une répartition assez restreinte. [60]

I.6.2.1 Les dépôts carbonifères

Affleurent à 15 – 20 Km au N.N.O du gisement de gypse de boudjellil sous forme d'une bande étroite. C'est une série terrigène constituée par l'alternance des aleurolites bigarrées, des argilites avec des grès quartzeux consistants et des couches de schistes carbonéo-argileux de faible puissance. [61]

I.6.2.2 Les formations du trias

Sont représentés par des dépôts gypso-argileux et salifères

I.6.2.3 Les formations du jurassique inferieur

Sont faiblement développés dans la partie Nord-Ouest de la région. Ce sont des calcaires massifs marmoréens finement stratifiés de couleur grise et grise-foncée, des calcaires massifs bitumineux gris et gris-foncé ainsi que des dolomies grises [60 ;61]

I.6.2.4 Les formations crétacées

Sont largement répandues dans la région étudiée. Ce sont des terrains de la crétacée inférieure et du crétacé supérieure. Comme dépôts de la crétacée inférieure il y a des marnes des calcaires, des schistes calcaires et des schistes argileux bigarrés. Il est à signaler que la Célestine est rencontrée également en blocs mono minéraux de dimensions différentes. Il y a certains blocs de Célestine dont la longueur atteint 350-400m et la largeur de 5 à 30m. Comme terrains du crétacé supérieur il y a des dépôts marins typiques représentés par des grés, aleurolites, calcaire et schistes calcaires. [61]

I.6.2.5 Les formations du paléogène-Néogène

Elles jouissent d'une large répartition dans la région. C'est une alternance des sédiments marins et continentaux comportant des grés aux grains fins et moyennes avec de ciment calcaire, des aleurolites et argilites, des calcaire gris-clair et gris-verdâtre, des argiles grises et brun-rougeâtre faiblement carbonatées. [61]

I.6.2.6 Les formations quaternaires

Elles Jouissent de la répartition la plus large en forme compacte sur des dépôts plus anciens. Les terrains actuels sont présentés par des argiles gris-jaune consistantes et des limons sableux diluviens. L'épaisseur de ceux-ci varie de 0,15 à 25,0 m.

Les conditions hydrologiques de la région sont assez favorables. Les terrains miocènes largement développés et possèdent également des propriétés réservées à l'eau. Ceux-ci peuvent faire l'objet d'une étude hydrologique dans le but d'approvisionner en eau la future carrière de gypse.

Outre le gisement de gypse de boudjellil on y trouve un gisement de célestin à Benimansour (situé à proximité immédiate du premier). C'est un gisement qui fait déjà l'objet d'exploitation. Il y a également des conditions favorables pour mettre en évidence d'autres gisements de Célestine (région de tazmalte), gypse, pierres de construction et argiles à briques,

ainsi que de calcaire et dolomies utilisables dans la production du ciment et dans l'industrie chimique. [62]

I.6.3 Géologies de gisement

Le gisement incorpore des formations triasiques, crétacées et quaternaires. Comme formations triasiques il y a le gypse, l'anhydrite, des calcaires dolomitiques et des calcaires. La structure du gisement pourrait être représentée comme un diapir, dont la mise en place a causé le broyage et le déplacement de certains blocs de roches carbonatées de différentes dimensions (de quelques mètres à des dizaines de mètres) jusqu'à la partie supérieure du gisement cette circonstance fut à l'origine des modifications mécaniques subies par la substance utile devenue une masse gypseuse broyée et consistante avec des petits fragments de roches carbonatées. La majeure partie de calcaires massifs est encombrée dans la moitié sud du gisement. Ce sont des xénolites de roches compris dans la masse gypseuse et disposé en blocs et en dalles orientées en tous sens.

Vers des marges du gisement les xénolites carbonatées sont moins répandues dans la masse gypseuse (3-5%) et leur dimension sont moins considérable. Le diapir affleuré, a dans le plan une forme ovale de 500 à 750 m de diamètre.

Macroscopiquement le gypse du gisement est saccharoïde, blanc, parfois avec une teinte grisâtre, jaunâtre ou brunâtre. C'est une masse homogène, consistante en grains petits et moyens avec des petits fragments de roches carbonatées et des rares enclaves de schistes verdâtres. Ces impuretés sont justement à l'origine des modifications dans la coloration du gypse. La teinte jaunâtre est causée avec des enclaves et des patines du soufre natif ; celle rosâtre dépend de la présence des oxydes de fer. La masse gypseuse incorpore aussi de rares et petits cristaux de quartz fumé (jusqu'à 0.2 à 0.5 cm de diamètre). Le matériau finement détritique carbonaté est répandu dans la substance utile d'une façon forte et régulière. Il y a des secteurs complètement purs à proximité des xénolites. Mais les fragments des roches carbonatées sont assez fréquents.

Dans la partie supérieure du gisement c'est les roches gypseuses qui prédominent. En profondeur les lentilles et les inters couches d'anhydrite deviennent de plus en plus nombreuses.

A l'œil nu anhydrite et le gypse se distinguent facilement. L'anhydrite est grise-clair, bleuâtre, plus dure que le gypse. la proximité des xénolites de calcaire il y a une brèche avec des fragments d'anhydrite et de gypse. Dans cette masse le gypse prédomine jusqu'à 55% [61 ;62]

I.6.3.1 Des formations du crétacé inférieur

Elles viennent en contact tectonique avec le diapir de gypse du côté nord et est. Ce sont des calcaires massifs et des schistes calcaires consistants, fissurés, gris-foncé.

A proximité du contact ils sont fortement broyés, fissurés. Une roche de gypse remplit les fissures et par endroits elles sont couvertes d'une patine brune d'oxyde de fer.

- Comme terrains actuels il y a des éluvions gypso-argileux développés aux flancs Ouest et Sud du gisement. Sur le reste du gisement les éluvions sont pratiquement absentes et ce n'est que trop rarement quand leur puissance atteint 0.15 à 0.30m [61 ;60].

Conclusion

D'après cette étude bibliographique nous pouvons dire que le plâtre est un matériau qui depuis sa découverte, reste toujours d'usage vu ses bonnes caractéristiques. Les études sur le plâtre ont mis en évidence les mécanismes importants (cristallisation, cuisson, temps de prise, etc.) liés à son élaboration, Le plâtre est devenu un matériau utilisé dans différents domaines.

Introduction

Au cours de la réalisation de notre mémoire, nous avons cherché à valoriser le gypse de boudjellil dans le domaine médical.

Ce chapitre a pour objet de récapituler la caractérisation approfondie de ce minéral. Avant de présenter les résultats obtenus pour avoir notre plâtre préparé, nous décrirons par la suite les différentes procédures et le matériel utilisées pour la caractérisation

- Chimique (dosage de CaO , SO_3 , métaux lourds et différents oxydes)
- Physique par la détermination de (porosité, humidité, densité)
- Minéralogique qui détermine différent espace minérale.
- Granulométrie

II.1 Echantillonnage

L'échantillonnage est une étape très importante dans le processus de caractérisation du minerai, ce qui nécessite de disposer d'une information la plus fiable possible sur le minerai à étudier. Le but visé est d'obtenir un éventail d'échantillons représentatifs qui reflètent toutes les caractéristiques physiques, chimiques et minéralogiques de l'ensemble du site étudié.

Le but de l'échantillonnage est de permettre l'estimation la plus fiable de la valeur inconnue et inaccessible d'une propriété d'un lot à partir d'un essai effectué sur un échantillon représentatif.

II.1.2 Préparation des échantillons

L'échantillon a subi la première fois un séchage dans une étuve pour éviter le colmatage, Après cela un concassage a été effectué à l'aide du concasseur à mâchoire de type de laboratoire, jusqu'à moins de 10 mm, une première homogénéisation paraît nécessaire par effet de l'hétérogénéité du minerai, le concassage a été suivi par un broyage qui réduit la taille de l'échantillons jusqu'à 1 mm à l'aide d'un broyeur à cylindre de type de laboratoire suivi d'une homogénéisation avant leur deuxième broyage par un broyeur à disque de type de laboratoire, le produit issu du broyage est d'une granulométrie inférieure à 70 μm . Voir le schéma de préparation de l'échantillons en figure II.1.

Après chaque étape de la préparation mécanique on effectue une série d'opérations d'homogénéisation et de quartage, réalisé par un appareil séparant en deux parties égales (deviseurs

échantillonneurs à couloire) pour éviter toute sorte d'erreurs systématiques qui peuvent fausser les résultats, et afin d'avoir un échantillon représentatif qui fera l'objet de différentes analyses nécessaire pour l'identification de ce minera.

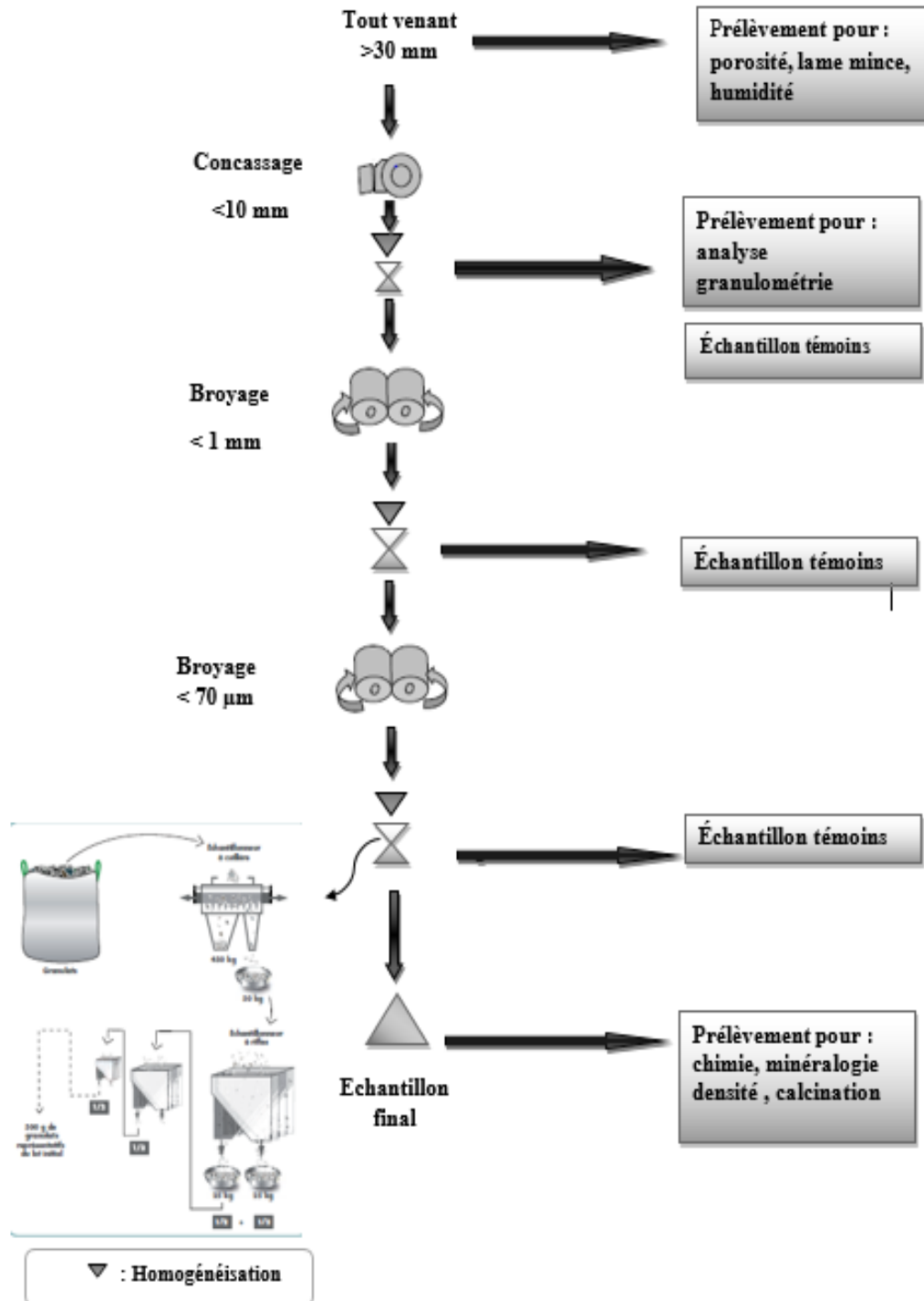


Figure II.1 : Schéma de préparation mécanique des échantillons du gypse pour analyse

II.2 Analyse chimique

II.2.1 Détermination l'eau de constitution (H_2O^+)

On détermine l'eau de constitution, par la calcination de l'échantillon de gypse dans un four à une température d'environ 400 °C pendant 2 heures, après ce temps retirer le creuset et le mettre dans un dessiccateur jusqu'à refroidissement, en suite peser le creuset et déterminer l'eau de constitution (H_2O^+).

H_2O^+ observée est calculée par la formule suivante [64] :

$$\% \text{H}_2\text{O}^+ = \frac{(p_1 + 2 - p_2)}{p} \times 100 \quad \dots \dots (3)$$

P 1 : la tare + 2 g avant calcination

P 2 : la tare + 2 g après calcination

P : prise d'essai (2 g)

II.2.2 Détermination la perte au feu

On détermine la perte au feu par calcination de l'échantillon de gypse dans un four à une température d'environ 1000 °C. A l'issue de cet essai

- L'eau et le CO_2 se volatilisent

- Oxydation partielle des éléments y présents

- Une correction de la perte au feu est nécessaire pour lever toute influence due à l'oxydation

Cet essai, s'effectue avec une masse du gypse de 2 g, qu'il faut mettre dans un creuset et la placer dans un four pendant une heure. Après son refroidissement, à température ambiante dans un dessiccateur, on pèse sa masse à nouveau.

La perte au feu observée est calculée par la formule suivante [64] :

$$\%PAF = \frac{(p1+2-p2)}{p} \times 100 \dots \dots (4)$$

P 1 : la tare + 2 g avant calcination

P 2 : la tare + 2 g après calcination

P : prise d'essai (2 g)

II.2.3 Dosage des résidus insolubles

Cet essai permet de déterminer la teneur en matières minérales insolubles dans l'acide chlorhydrique dans le gypse.

➤ Principe

L'échantillon est incinéré, le gypse est traité par l'acide chlorhydrique bouillant et le résidu insoluble est filtré et pesé.

➤ Mode opératoire

- Transvaser 1 g de gypse dans un bécher, ajouter 20 ml HCl et 40 ml de H₂O (solution 1).
- Porter le liquide à ébullition et maintenir celle-ci pendant quinze minutes.
- Filtrer la solution chaude sur un papier filtre sans gypse et laver le résidu avec 100 ml d'eau et garder la solution 1 dans une fiole.
- Sécher le filtre (environ 30 min à 100 c°) contenant le résidu et incinérer dans un creuset taré à une température de 1000 c° pendant une heure.
- Refroidir au dessiccateur et peser.

Le poids de résidus insoluble observés est calculé par la formule suivante :

$$\%résidus\ insolubles = \frac{(P2-P1)}{PE} \times 100 \dots \dots (5)$$

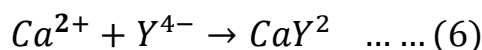
P 1 : poids du creuset (g)

P 2 : poids du creuset et du résidu (g)

P E : prise d'essai (1 g)

II.2.4 Dosage de CaO

La détermination de la teneur de CaO dans le gypse est réalisée par la méthode de complexométrie. Les ions Ca^{2+} du plâtre sont dosés par acide éthylène diamine tétra-acétique (l'EDTA) à $\text{pH} > 12$ selon la réaction. [65]



➤ Mode opératoire

-Mesurer 5 ml de la solution, les verser dans un erlenmeyer (prise d'essai).

-Ajouter 10 mL de solution tampon dans la prise d'essai (ils seront mesurés à l'aide d'une éprouvette graduée), on ajoute 20 ml de la solution de potasse (KOH à 28%) et une pince d'indicateur de calcéine qui donne une coloration verte à la solution.

-Remplir la burette avec la solution d'EDTA, chasser la bulle d'air située sous le robinet et ajuster le volume du liquide à zéro.

-Verser la solution d'EDTA dans la prise d'essai et agiter la solution jusqu'au virage du violet-rose voir Figure III.2, le virage a lieu à une goutte près, puis on note la valeur du volume d'EDTA versé (V en ml).

Calculer le pourcentage de CaO par la formule suivante :

$$\% \text{CaO} = \frac{T(V-v)}{5 \times P.E} \times 200 \times 100 \dots\dots (7)$$

T : titane d'EDTA en CaO

V : volume d'EDTA ayant servi au dosage de Ca^{2+}

v : volume d'EDTA ayant servi au dosage de l'essai à blanc

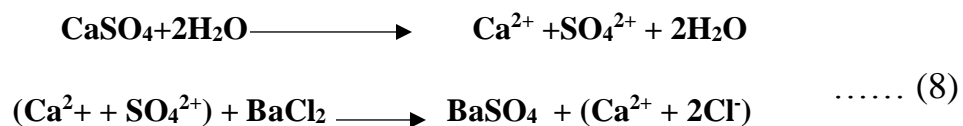
P.E : prise d'essai initial (1 g)



Figure II.2 : les étapes de détermination le CaO [photos prise au niveau de laboratoire chimie de l'ORGM]

II.2.5 Dosage des sulfates SO_3

Le dosage du taux de sulfate dans le plâtre se fait par la méthode gravimétrique, on fait précipiter les ions SO_4^{2-} de plâtre avec les ions Ba^{2+} du chlorure de baryum puis on pèse le précipité de sulfate de baryum BaSO_4 formé. [65]



➤ Mode opératoire

- Prendre 100 ml de solution (1) déjà obtenu dans l'essai de dosage des résidus insolubles.
- Introduire 10 ml de solution de chlorure de baryum BaCl_2 dans le bécher contenant solution (1).
- Filtrer la nouvelle solution sur un papier filtre plissé. Rincer bien le papier filtre et le bécher.
- Récupère le filtre et le mettre dans un creuset à une température de 1000°C pendant 15 min.

Le pourcentage de SO_3 est calculé par la formule suivante [65] :

$$\% \text{SO}_3 = \frac{0.343(P2 - P1)}{P} \quad \dots\dots (9)$$

P1 : poids du creuset vide

P2 : poids du creuset avec le filtre après la calcination

P : prise d'essai (1 g)



Figure II.3 : Les étapes de détermination SO_3 [photos prise au niveau de laboratoire chimie de l'ORGM]

II.2.6 Analyse par spectrométrie d'absorption atomique (SAA)

➤ Principe

L'absorption atomique de flamme est une méthode qui permet de doser essentiellement les métaux en solution. Cette méthode d'analyse élémentaire impose que la mesure soit faite à partir d'un analyte (élément à doser) transformé à l'état d'atomes libres. L'échantillon est porté à une température de 2000 à 3000 degrés pour que les combinaisons chimiques dans lesquelles les éléments sont engagés soient détruites. La spectrométrie d'absorption atomique est basée sur la théorie de la quantification de l'énergie de l'atome. Celui-ci voit son énergie varier au cours d'un passage d'un de ses électrons d'une orbite électronique à une autre : $\Delta E = h\nu$ où h est la constante de Planck et ν est la fréquence du photon absorbé. Généralement seuls les électrons externes de l'atome sont concernés.

Les photons absorbés étant caractéristiques des éléments absorbants, et leur quantité étant proportionnelle au nombre d'atomes d'élément absorbant selon la loi de distribution de Boltzmann, l'absorption permet de mesurer les concentrations des éléments à doser. L'analyse par absorption atomique utilise la loi de Beer- Lambert. S'il y a plusieurs éléments à doser, on réalise cette manipulation pour chaque élément de l'échantillon en se plaçant à une longueur d'onde fixée. Il faut donc à chaque manipulation choisir une source adaptée pour éclairer l'élément que l'on cherche à exciter. [66]

Elle est utilisée pour la détermination des teneurs en Cd, Fe, Zn, Cu et Pb.

➤ **Modalités d'essai**

- Appareillage spectromètre d'absorption atomique AA240-type VARIAN.
- Teneur exprimée en pourcentage pour un corps solide, et en mg/l pour une solution.
- Méthode de préparation voir l'annexe 2 utilisée par le laboratoire (certifié NF ISO 14869-1 Aout 2001). Mise en solution certifiée ISO 11047 Mai 1998 par l'organisme certifiant VINCOTTE-international)
- Prise d'essai 0.5 g.



Figure II.4 : Spectromètre d'absorption atomique AA240-type VARIAN [photos prise au niveau de laboratoire chimie de l'ORGM]

II.2.7 Analyse par la fluorescence X (XRF)

➤ Principe

La spectrométrie de fluorescence X (SFX ou FX, ou en anglais XRF pour X-ray fluorescence) est une méthode d'analyse chimique élémentaire utilisant une propriété physique de la matière, la fluorescence de rayons X. Lorsque l'on bombarde de la matière avec des rayons X, la matière réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X ; c'est la fluorescence X, ou émission secondaire de rayons X.

Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments. [67]

Nous avons déterminé les teneurs Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , P_2O_5 , SiO_2 , K_2O , TiO_2 , P_2O_5 et MnO .

➤ Modalités d'essai

- Appareillage : spectromètre AXIOPANalytical.
- Seuil de détection de l'ordre de 0.05
- Teneur exprimée en pourcentage
- Méthode de préparation utilisée par laboratoire (certifié ISO.12677 par l'organisme certifiant VINCOTTE-international) : pastille avec mélange (cellulose, acide borique), puis passage au spectromètre.
- Etalonnage par des standards internationaux
- Prise d'essai 5 g



Figure II.5 : La presse de pastille
[photo prise au niveau de laboratoire
chimie de l'ORGM]



Figure II.6 : Spéctromètre AXIOPANalytical
[photo prise au niveau de laboratoire chimie de
l'ORGM]

II.3 Analyse physique

II.3.1 La porosité

La porosité est l'ensemble des volumes de petite taille, pouvant être occupés par des fluides à l'intérieur d'une roche. Le terme "pore" employé au sens large désigne l'espace poreux sans distinction de forme. Les pores au sens strict sont des vides de forme plutôt convexe, tandis qu'on désigne par fissures les vides à très faible coefficient de forme et d'épaisseur négligeable. [68]

➤ Principe

L'essai consiste à saturer en eau la porosité ouverte des grains constituant le matériau granulaire. L'immersion du matériau dans une solution aqueuse, permet sa saturation. A froid, l'essai nécessite du temps. Pour accélérer le phénomène on augmente progressivement la température de l'eau. Le gradient thermique provoque dans le temps la dilatation de l'air présent dans les pores. Ce gaz quitte plus facilement les pores pour y être substitué par l'eau liquide. Ainsi l'eau sature plus rapidement la totalité des vides. [69]

➤ Mode opératoire

- Préparer un échantillon du gypse sec, soit M0,
- Placer l'échantillon dans l'eau froide et porter à ébullition
- Pendant 2 heures, en vue de chasser l'air des pores et les saturer par de l'eau,
- Retirer l'échantillon de l'eau et essuyer à l'aide d'un chiffon chaque grain, peser la nouvelle masse, soit M1,

La porosité est calculée par la formule suivante [69] :

$$P\% = \frac{M1-M0}{V} \times 100 \quad \text{avec: } V = \frac{M0}{Mva} \quad \text{donc: } P\% = \frac{M1-M0}{M0} \times Mva \times 100 \dots \dots (10)$$

M0 : la masse sèche

M1 : la masse saturée

Mva : la masse volumique apparente 2.7 g/cm³

II.3.2 La densité

La densité d'une substance est égale à la masse volumique de la substance divisée par la masse volumique du corps de référence à la même température. Pour les liquides et les solides, l'eau est utilisée comme référence, pour le gaz la mesure s'effectue par rapport à l'air. [70]

➤ Principe

Il consiste à mesurer le déplacement du niveau du liquide contenu dans un récipient à col étroit, lorsqu'on y introduit la poudre dont on cherche la masse volumique absolue. La méthode nécessite également une balance au décigramme, un volumétre ou le Chatelier et un liquide inerte vis-à-vis de la poudre, dans notre cas on utilise l'eau. [71]

➤ Mode opératoire

-Mettre du toluène jusqu'au niveau $V1$, voisin du zéro. Noter $V1$, en valeur algébrique (négative au des sous du repère). Peser l'ensemble, soit $M1$.

- Introduire le notre échantillon dans le voluménomètre jusqu'à ce que le niveau du liquide soit dans la partie utile de la graduation supérieure. Bien chasser les bulles d'air. Noter $V2$ Peser, soit $M2$.

-La masse volumique absolue est donnée par le rapport [71] :

$$P = \frac{M2 - M1}{V2 - V1} \dots\dots (11)$$



Figure II.7 : Le voluménomètre [la photo est prise au niveau de laboratoire géotechnique de l'ORGM]

II.3.3 L'humidité

L'humidité d'une matière englobe toutes les substances qui s'évaporent par chauffage en entraînant une perte de poids de l'échantillon.

Le taux d'humidité influence les propriétés physiques d'une substance, telles que le poids, la masse volumique, la viscosité, l'indice de réfraction, la conductivité électrique et bien d'autres encore. Au fil des ans, diverses méthodes furent développées pour mesurer ces grandeurs physiques et les convertir en taux d'humidité. [72]

➤ Principe

Les méthodes thermogravimétriques sont des méthodes de pesage séchage, où les échantillons sont séchés à 105 C° jusqu'à ce qu'ils atteignent un poids stable. La perte de masse est interprétée comme humidité libérée. Le séchage se termine lorsque le poids atteint un équilibre, c'est-à-dire lorsque la pression de vapeur de la substance humide équivaut à la pression de vapeur ambiante. Plus basse est cette pression de vapeur ambiante, moins il restera d'humidité dans la substance à l'équilibre. En réduisant la pression, on abaisse la pression de vapeur ambiante et on renforce ainsi le séchage. [73]

L'humidité est calculée par la formule suivante

$$\% \text{ humidité} = \frac{M1 - M2}{M1} \times 100$$

M1 : masse avant séchage

M2 : masse après séchage

II.4 Analyse minéralogique

II.4.1 Observations microscopiques et préparations de lame mince

Pour effectuer l'observation microscopique on a préparé au niveaux du laboratoire de valorisation de l'ORGM Boumerdès les lames minces qui consistent à amincir un échantillon de roche, préalablement collé sur une plaque en verre, à une épaisseur de 30 micromètres.

La réalisation de ces lames minces suit un protocole précis dont les principales opérations sont voire la figure II.8 :

1. Le sciage de l'échantillon à la scie diamantée
2. Le rodage de la surface à coller
3. Le collage de l'échantillon sur une plaque de verre
4. Le sciage de la préparation à environ 1 mm
5. La mise à l'épaisseur de la lame mince

6. La couverture ou le polissage de la préparation selon analyses ultérieures

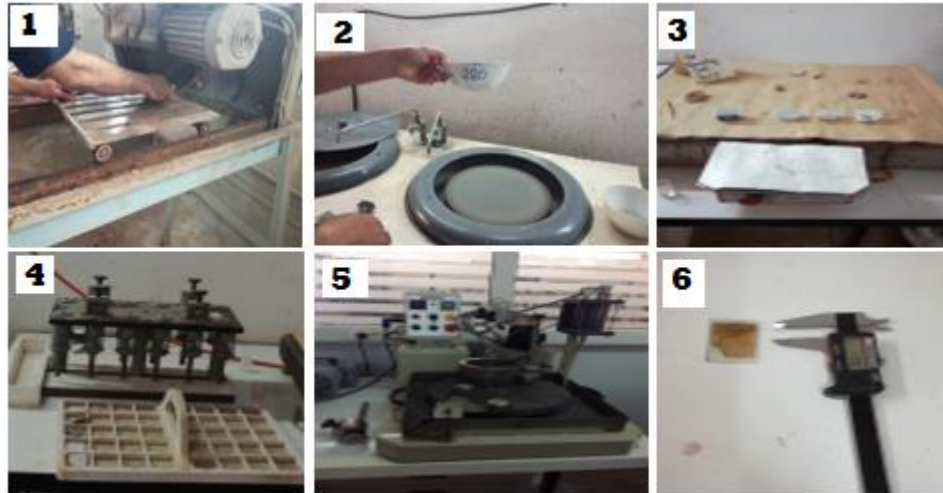


Figure II.8 : les étapes de préparation des lames minces [la photo est prise au niveau de laboratoire géotechnique de l'ORM]

Après préparation des lames minces, l'observation va se faire au microscope photonique polarisant. L'épaisseur standard de 30 micromètres permet la reconnaissance des minéraux constitutifs de la roche.

L'observation se fait en lumière polarisée non analysée (avec un seul filtre) qui montre la couleur d'absorption des minéraux puis en lumière polarisée analysée (avec deux filtres à 90°) montre des couleurs d'interférence propres à chaque minéral. Le résultat des observations au microscope polarisant est toujours très esthétique, en plus d'être un outil très performant de détermination des structures, des compositions minérales.

II.4.2 Analyse diffractométrique

L'analyse diffractométrique permet de confirmer l'identification minéralogique réalisée au microscope et de préciser la nature des minéraux.

On a choisi des échantillons finement broyés, qu'on a analysé par diffractométrie.

II.4.2.1 La diffraction des rayons x

➤ Principe

La diffraction des rayons X consiste à appliquer un rayonnement, d'une longueur d'onde du domaine des rayons X sur un échantillon orienté ou non. L'analyse des phases cristalline est rendue possible grâce aux périodicités de l'arrangement atomique des cristaux.

Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondant aux distances entre les plans d'empilement. Ainsi, lorsque le rayonnement pénètre le cristal, une partie de l'énergie est absorbée entraînant l'excitation des atomes et l'émission de radiations par les plans atomiques. Le faisceau diffracté mesuré résulte de l'ensemble de l'interaction constructive des rayons émis par les atomes d'un même plan, selon la loi de Bragg : $2d \sin \theta = n \cdot \lambda$.[74]

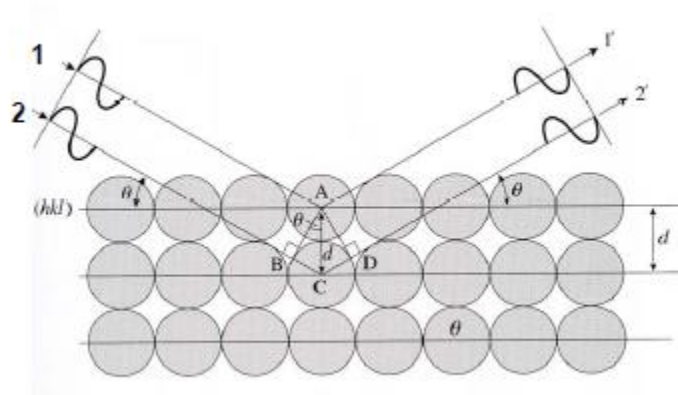


Figure II.9 : Principe de la diffraction des rayons X

➤ Modalités d'essai

- Appareillage de diffraction des rayons X type Panalytical
- Résultats sous forme de diffractogramme
- Mode opératoire : MO-9852-4 (Certification ISO 9000-2008 délivrée par AIB VINCOTTE International).
- Prise d'essai : 5g



Figure II.10 : Appareillage de diffraction des rayons X type Panalytical [la photo est prise au niveau de laboratoire minéralogique de l'ORGM]

II.5 Analyse granulométrique

Pour la composition granulométrique du minerai, après les différents stades de fragmentations, on procède à l'analyse de tamisage. L'analyse granulométrique permet de déterminer la grosseur et les pourcentages pondéraux respectifs des différentes familles de grains appelées fractions granulométriques constituant les échantillons. Ces fractions sont constituées de particules dont la grosseur couvre un intervalle relativement restreint et diminue d'une fraction à l'autre. Il existe plusieurs méthodes d'analyse granulométrique. Parmi ces méthodes, la méthode de tamisage éventuellement utilisée dans notre présente étude, couvrent la presque totalité des gammes de grosseurs de particules visées. De plus, elles permettent la récupération d'échantillons séparés en fonction de la taille des particules.

➤ Principe

Le principe d'analyse consiste à classer les différents grains constituant l'échantillon en utilisant une série de tamis, emboîtés les uns sur les autres (figure II.11), dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas. Le minerai étudié est placé en partie supérieure des tamis et les classements des grains s'obtiennent par le mouvement vibratoire horizontal, ainsi que des secousses verticales, de la colonne de tamis à l'aide d'une tamiseuse. [75]

Pour le minéral de gypse, on utilisera en général des tamis de dimensions 5 mm, 3.15 mm, 2 mm, 1.6 mm, 1.25 mm, 1 mm, 0.63 mm, 0,315 mm, 0.160 mm, 0,125 mm, 0,08 mm.



Figure II.11 : Tamiseuse en électro-vibrante [la photo est prise au niveau de laboratoire de valorisation de l'ORGM]

II.6. Calcination de gypse

La calcination du gypse (sulfate de calcium hydraté) pour obtenir du plâtre (sulfate de calcium semi-hydraté), ne casse pas les liaisons covalentes de sa molécule de sulfate de calcium, mais une partie des liaisons “hydrogène” de son radical “hydraté” ; ainsi changement de la composition chimique. [76]

➤ **Mode opératoire**

On prend 400 g de tout venant Et on le devise en quatre échantillons et chaque 100 g subir une calcination à différente température 150 °C ,200 °C ,500 °C et 800 °C dans un four systématique, après la calcination on les mets dans un dessiccateur pour évite l'absorption d'humidité, ensuit on fait la pesé des échantillons afin de déterminer leur poids

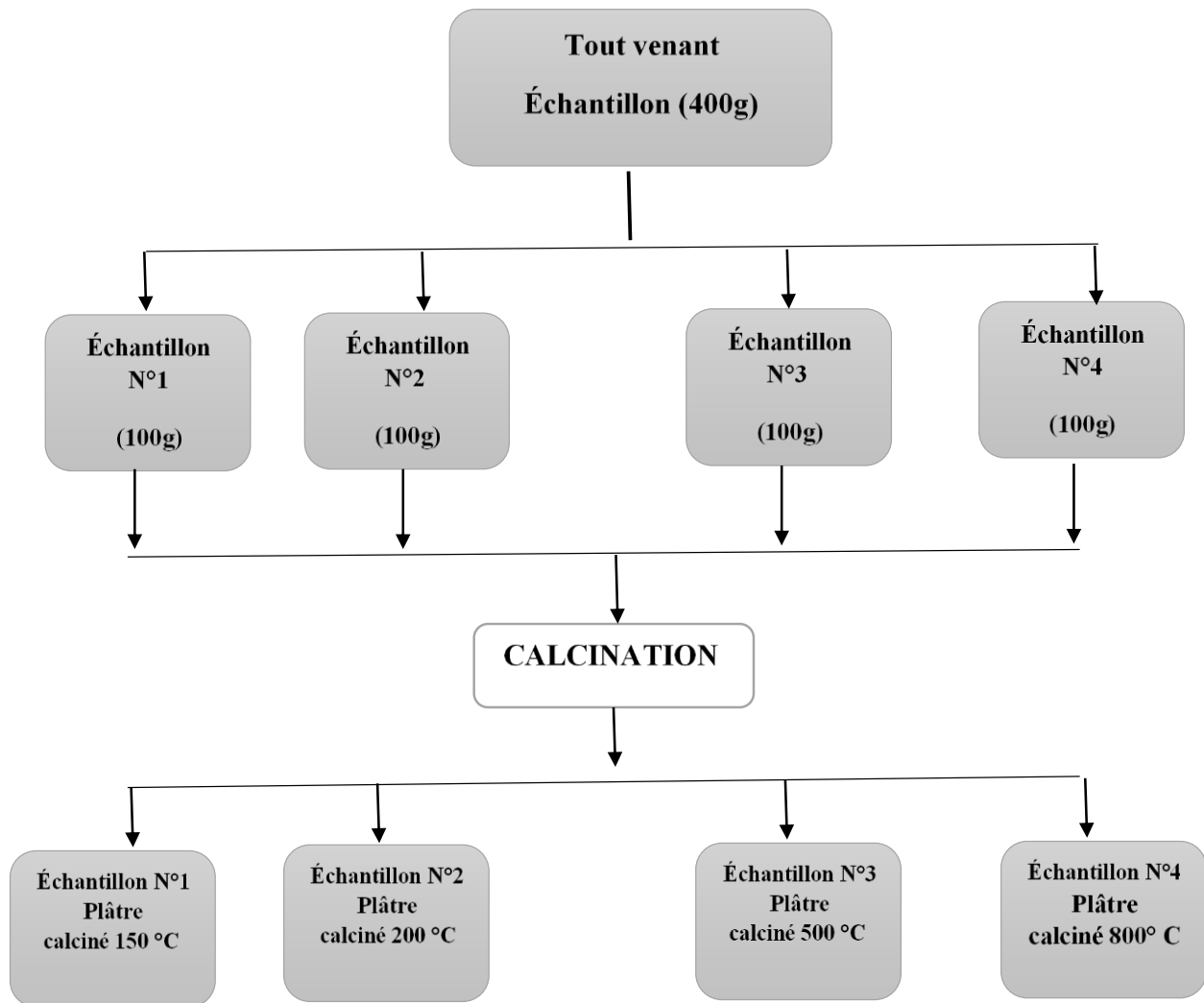


Figure II 31 : Organigramme de calcination du gypse boudjellil

Conclusion

Ce chapitre été pour but de présenter et décrire tous les procédés, les techniques, les méthodes et protocoles employer pour évaluer notre gypse. Autrement nous avons montré l'utilité, l'efficacité et l'avantage de ces derniers.

D'autre part les résultats obtenus seront représentés et discutés au chapitre suivant.

Introduction

Nous nous intéresserons dans ce chapitre aux caractéristiques mesurées pour chacun des échantillons étudiés. Le présent chapitre a pour objet la représentation des résultats obtenus par les techniques citées précédemment et de déterminer les paramètres indiquant ainsi les conditions requises pour que notre gypse soit acquis tant qu'un plâtre médical, tels que le pourcentage de CaO, la densité, la porosité, etc ...).

III.1 Préparation mécanique

Nous avons utilisé le concasseur à mâchoire de type laboratoire afin de concasser les grands blocs à une dimension inférieure à 10 mm. Pour obtenir une dimension plus ou moins fine, pour obtenir une dimension plus au moins fine nous avons utilisé le broyeur à cylindre de type de laboratoire qui produit une granulométrie de 1 mm, et pour avoir une granulométrie plus fine d'ordre 70 μm , on a aussi utilisé un broyeur à disque de type laboratoire.

III.2 Caractérisation de gypse de boudjellil

III.2.1 Les analyses chimiques

III.2.1.1 Résultats d'analyse (PAF, H₂O⁺, résidu sec)

Tableau III.1: Résultats d'analyse de H₂O⁺, PAF et Résidu sec

| Échantillon | H ₂ O ⁺ (%) | PAF (%) | Résidu sec (%) |
|-------------|-----------------------------------|---------|----------------|
| Tv | 12,28 | 36,36 | 2,44 |

D'après le **tableau III.1**, on remarque que la teneur en eau de constitution qui recristallise dans le minéral est de 12.28% et le pourcentage de décarbonatation de notre minéral il atteint 36.36%. Selon les résultats des deux teneurs on constate qu'il y a des impuretés volatiles dans notre échantillon et tout ce qui reste, se présente sous forme de résidu sec dont leur teneur. La valeur en pourcentage des résidus sec est de 2.44%.

III.2.1.2 Les résultats d'analyses par fluorescence x

Tableau III.2 : Composition chimique (% massique) de gypse de boudjellil

| Echantillon | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | CaO | SO ₃ | K ₂ O | TiO ₂ | MnO | P ₂ O ₅ | MgO |
|--------------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|-----------------|------------------|------------------|-------|-------------------------------|------|
| | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % |
| Tout venant | 3,32 | 0.97 | 1.81 | 16.8 | 42 | 0.023 | <0.01 | 0.011 | <0.01 | 2.00 |

D'après les résultats le **tableau III.2** que nous avons trouvées à partir du dosage effectué pour le gypse on distingue que le pourcentage de CaO et de SO₃ est d'ordre important atteignant les 58.8% dans l'échantillon de tout venant cela indique une présence d'une quantité essentielle de sulfate de calcium.

Nous observons aussi la présence de MgO et SiO₂, avec les teneurs respectives de (2% et 3.32%) ainsi qu'une teneur de 1.81 % du Fe₂O₃ on note la présence de dolomite, silices et aussi l'oxyde de fer. Ces derniers sont représentés dans la nature de minerai selon les travaux géologiques [62]. Par ailleurs, les teneurs de Al₂O₃, MnO, K₂O sont faible et leurs valeurs sont respectivement (0.97%, 0.011%, 0.023%). Nous constatons l'existence de P₂O₅ et de TiO₂ sous forme de trace. D'après ces teneurs on conclut que notre échantillon contient des impuretés avec des quantités faibles.

III.2.1.3 Résultat d'analyse par spectrométrie d'absorption atomique

Tableau III.3 : Analyse spectrale des échantillons de gypse (TV)

| Echantillon | Pb | Cd | Fe | Zn | Cu |
|-------------|--------|----------|--------|--------|--------|
| TV | 0.0058 | <0 .0001 | 0.2100 | 0.0031 | 0.0022 |

Le tableau III.3 illustré nous révèle que les teneurs de métaux lourds (Pb, Cd, Zn, Cu) dans le tout venant ne varient pas beaucoup, elles sont de l'ordre très faible une teneur inférieure à 0.01 % se qui explique que notre échantillon contient des métaux lourds sous forme des traces (ces traces sont dues à la présence de dolomite dans la géologie de gisement) [60]. Nous avons aussi constaté une légère présence de Fe à 0.21 % qui revient à la nature de gisement selon les travaux géologique [61].

III.2.2 Les résultats d'analyse physique

Tableau III.4 : Propriétés physiques de gypse

| Echantillon | Porosité % | Densité | L'humidité % |
|------------------|---------------|---------|-----------------|
| 1 Tout venant | 0.90 | 2.49 | 3.8 |

➤ La porosité

Nous remarquons dans le tableau III.4 que la porosité atteint une valeur acceptable de 0.90 %. Cela est principalement dû à l'hétérogénéité de l'échantillon. En effet, les résultats minéralogiques révèlent une dominance de gypse ce qui impose une structure massive.

➤ La densité

La valeur de densité de minerai obtenue est de 2.49%. Cette valeur est conforme aux résultats obtenus par les travaux BRGM [7].

➤ L'humidité

Les résultats de l'humidité nous montrent une valeur est de 3.77% dans l'échantillon ce qui explique qu'il y a une présence d'une petite quantité d'eau, causée, par l'existence des argiles dans la nature de notre échantillon [61].

III.2.3 Résultats minéralogiques

III.2.3.1 Résultats obtenu par l'observation microscopique

Tableau III.5 : Résultats d'analyse de la lame mince (LM 01, LM 02)

| Composition minéralogique | Teneur en % | Forme des grains | Dimensions des grains (mm) |
|---------------------------|-------------|--------------------------------------|----------------------------|
| GYPSE | 98 % | Cristaux, Subautomorphes, Xénomorphe | 0.03-0.06 mm |
| DOLOMITE | 02 % | Automorphe | 0.05 mm |

Tableau III.6 : Résultats d'analyse de la lame mince LM 03

| Composition minéralogique | Teneur en % | Forme des grains | Dimensions des grains (mm) |
|---------------------------|-------------|------------------|----------------------------|
| Dolomie | 100 % | Cristaux, Plage | 0.1-3 mm |

Tableau III.7: Résultats d'analyse de la lame mince LM 04

| Composition minéralogique | Teneur en % | Forme des grains | Dimensions des grains (mm) |
|---------------------------|-------------|------------------|----------------------------|
| Dolomite | 100 % | MATRICE | 0.01-0.1 mm |

D'après le **tableau III.5**, on constate que l'observation pétrographique des lames minces montre un gypse saccharoïde de composition minéralogique suivante :

- La lame N° 1 est principalement formée par le gypse sous forme de cristaux automorphes à subautomorphes collés les uns à cotés des autres, parfois il se présente

en grains Xénomorphe et hétérogranulaires. La dolomite plus rare se trouve en cristaux automorphes dispersés dans la masse gypseuse.

- La lame N° 2 est entièrement formée par des grains de gypse sous forme de cristaux bien soudés entre eux, dont les éléments sont compris entre 0.03 et 0.06 mm.

Le **tableau III.6** c'est dessus de la lame mince montre une roche de nature carbonatée, elle est formée principalement par la dolomite. La dolomite est observée sous forme de grands cristaux rhomboédriques et plages de longue étendue (leur taille peut atteindre 3 mm), elle est souvent fracturée par des fissures tardives remplies par la dolomite secondaire.

Les résultats obtenus dans le **tableau III.7** c'est dessus montre une dolomie de texture massive et de structure micro-granulaire, elle est composée exclusivement par la dolomite sous forme d'une matrice de teinte peu sombre recoupée souvent par des veinules tardives remplie par la dolomite secondaire, de dimensions allant de 0.01 à 0.1 mm.

III.2.3.2 Résultats obtenu par diffraction de rayon X

Le diffractogramme de l'échantillon de tout venant obtenu par le DRX est représentée sur la figure III.1.

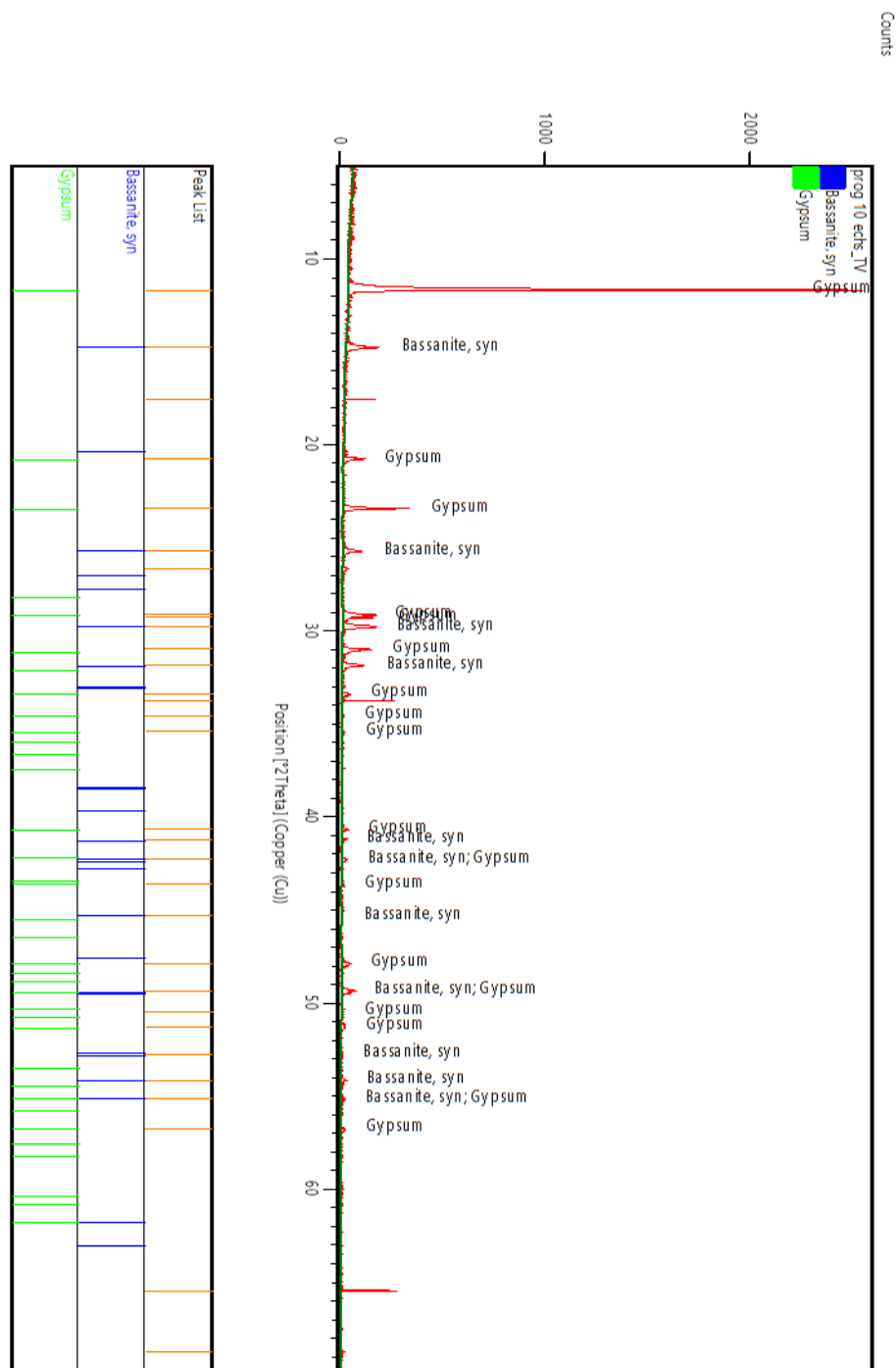


Figure III.1 : Diffractogramme l'échantillons de tout venant

Les pics de diffraction concernant le tout venant révèlent la présence de gypse par des pics intense et l'existence de la bassanite avec des pics d'une intensité faible, ce qui explique que le gypse est le minéral dominant dans notre échantillon.

III.2.4 Résultats d'analyses granulométrique

Tableau III.8 : Résultat d'analyse granulométrique

| Classe granulométrique(mm) | Diamètre moyen | Poids (g) | Rendement (%) | Refus cumulé | Passant cumulé |
|----------------------------|----------------|-----------|---------------|--------------|----------------|
| -5+3,15 | 4.07 | 35,3 | 14,6230 | 14,6230 | 85.377 |
| -3,15+2 | 2.575 | 21,2 | 8,7821 | 23,4051 | 76.5949 |
| -2+1,6 | 1.8 | 7,4 | 3,0654 | 26,4705 | 73.5295 |
| -1,6+1,25 | 1.425 | 7,5 | 3,1068 | 29,5773 | 70.4227 |
| -1,25+1 | 1.125 | 7,00 | 2,8997 | 32,477 | 67.53 |
| -1+0,63 | 0.815 | 11,4 | 4,7224 | 37,1994 | 62.8006 |
| -0,63+0,315 | 0.4725 | 43,7 | 18,1027 | 55,3021 | 44.6979 |
| -0,315+0,160 | 0.2325 | 54,00 | 22,3695 | 77,6716 | 22.3284 |
| -0,160+0,125 | 0.1425 | 20,7 | 8,5749 | 86,2465 | 13.7535 |
| -0,125+0,08 | 0.1025 | 12,3 | 5,0952 | 91,3417 | 8.6583 |
| -0,08 | 0 | 20,9 | 8,6578 | 100 | 0 |

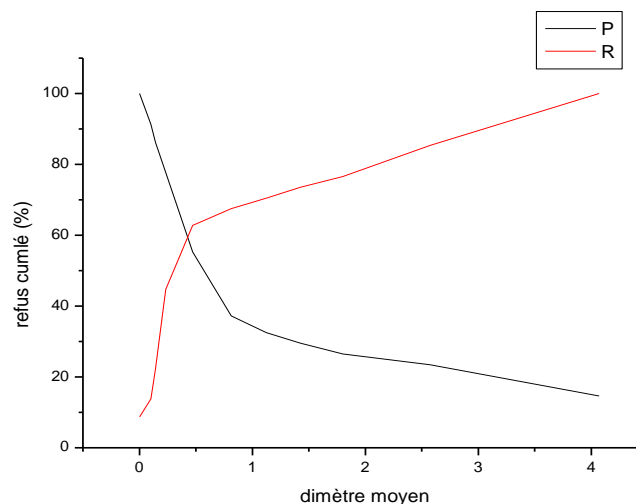


Figure III.2 : Courbe granulométrique des passants et des refus en fonction du diamètre moyen

Les pourcentages des refus ou des tamisât cumulés, sont représentés sous la forme d'une courbe granulométrie **figure III.2** afin de calculer le coefficient de courbure et le coefficient d'uniformité.

D'après les résultat que on a obtenu nous avons constaté que le coefficient d'uniformité est ($C_u > 2$) donc la granulométrie de notre échantillon est étalée ainsi que le coefficient de courbure qui est de ($C_c = 0.8$) ce qui explique que notre échantillon est mal graduée. [77]

On conclut que notre échantillon est hétérogène est cela et confirmer par les analyses minéralogiques.

III.3 Traitement de minerai par calcination

III.3.1 Calcination de gypse de boudjellil

Tableau III.9 : Calcination du gypse à différentes température

| Échantillon | Poids avant calcinations(g) | Poids après la calcination(g) | ΔP % pert de poids |
|---------------------|-----------------------------|-------------------------------|----------------------------|
| Ech calciné à 150°C | 100 | 85,55 | 14,45 |
| Ech calciné à 200°C | 100 | 84,4 | 15,60 |
| Ech calciné à 500°C | 100 | 82,52 | 17,47 |
| Ech calciné à 800°C | 100 | 74,92 | 25,07 |

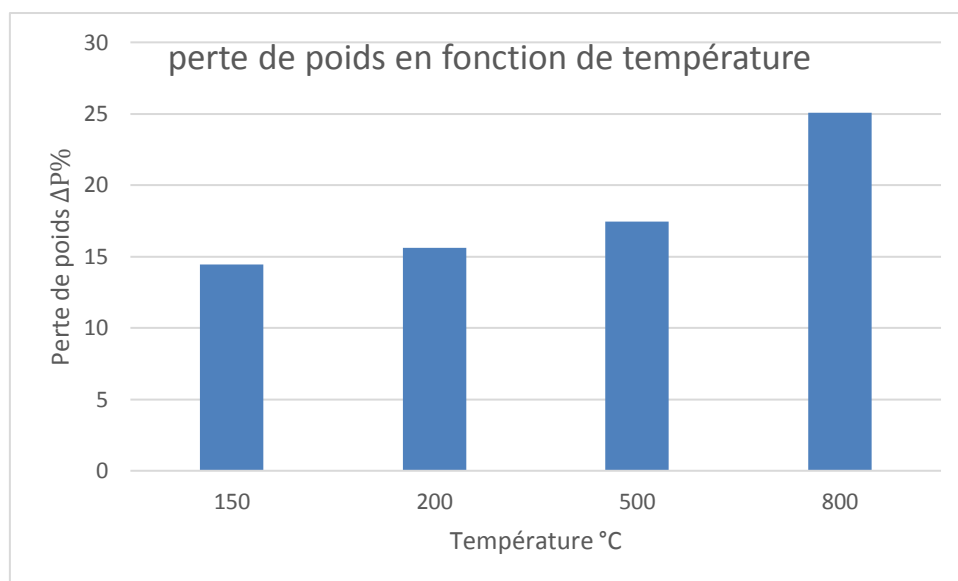


Figure III .3 : Représentation de perte au poids en fonction de la température

D'après le tableau III 9 et la figure III 3 nous avons remarqué que la perte de poids augmente selon l'augmentation de température se qui explique qu'à chaque fois on augmente la température, le minerai perd une portion de son poids, cela est dû au passage des minéraux d'une identité à une autre confirmant alors les résultats de DRX.

Nos résultats sont en concordances avec les travaux de Alexandre Gondran et Céline Martias. [57]

III .4 Comparaison entre le plâtre calciné de Boudjellil et le plâtre médical

➤ Remarque

Le plâtre médical qu'on a utilisé, est obtenu par grattage d'une bande plâtrée (échantillon PM)

L'étude comparative consiste à comparer les résultats des analyses obtenus par le DRX pour la détermination de la toxicité ainsi que les résultats obtenus par FX pour la détermination de la composition chimique.

III.4.1 Les résultats d'analyses par fluorescence x

Tableau III.10 : Composition chimique (% massique) de gypse de boudjellil et plâtre médical (bande plâtrée)

| Echantillon | SiO ₂ % | Al ₂ O ₃ % | Fe ₂ O ₃ % | CaO % | SO ₃ % | K ₂ O % | TiO ₂ % | MnO % | P ₂ O ₅ % | K ₂ O % | MgO % |
|------------------------------------|-----------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|----------|----------------------|-----------------------|-----------------------|----------|------------------------------------|-----------------------|----------|
| Ech calciné à 150°C | 2.89 | 0.63 | 0.51 | 16.8 | 46.39 | 0.030 | <0.005 | <0.005 | <0.01 | <0.005 | 0.007 |
| Ech calciné à 200°C | 2.05 | 0.94 | 0.54 | 16.8 | 47.16 | 0.054 | <0.005 | <0.005 | <0.01 | <0.005 | 0.04 |
| Ech calciné à 500°C | 2.79 | 0.99 | 0.49 | 16.8 | 50.52 | 0.048 | <0.005 | <0.005 | <0.01 | <0.005 | 0.06 |
| Ech calciné à 800°C | 2.99 | 0.81 | 0.57 | 17.92 | 53.06 | 0.048 | <0.005 | <0.005 | <0.01 | <0.005 | 0.05 |
| Plâtre médicale | <0.005 | 0.17 | 0.26 | 19.04 | 46.78 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | 2.65 | <0.005 | 0.005 |

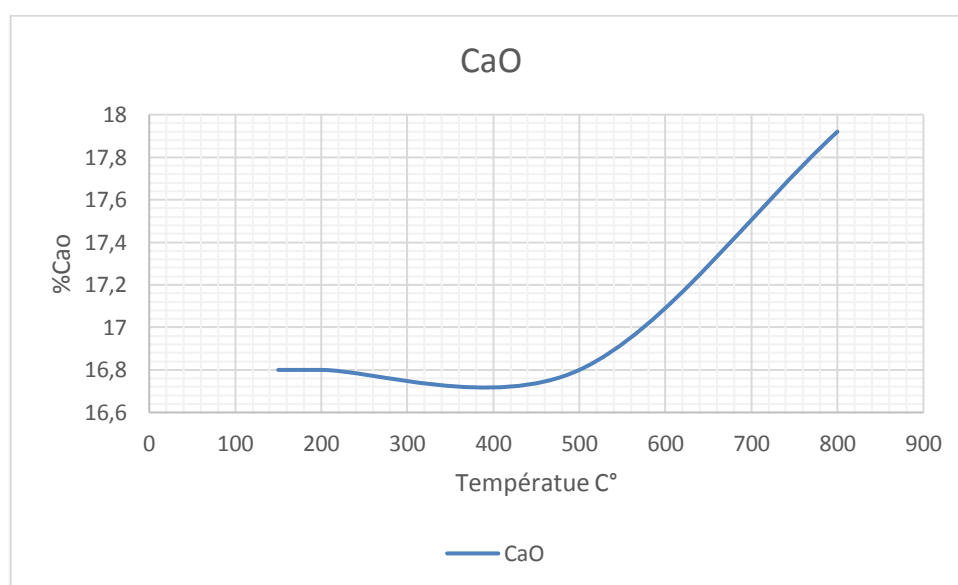


Figure III.4 : Evaluation des teneur en CaO en fonction de la température

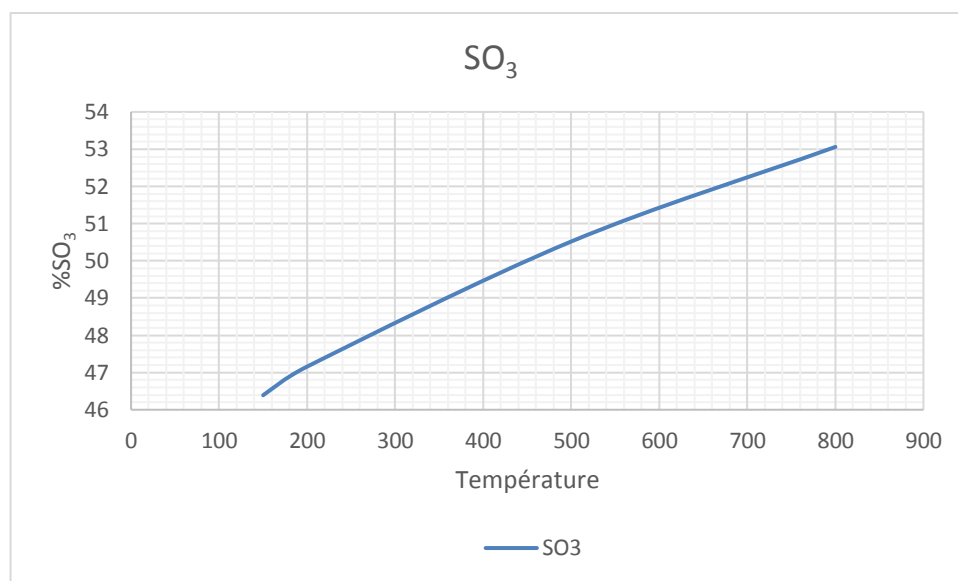


Figure III.5 : Evaluation des teneurs de SO_3 en fonction de la température

D'après le **tableau III.10**, **figure III.4** et **figure III.5** les échantillons sont composés essentiellement des oxydes SO_3 et CaO qui présentent respectivement des pourcentages massiques de l'ordre de 63,19% pour le plâtre calciné à 150°C, 63,96% pour le plâtre calciné à 200°C, 67,32% pour le plâtre calciné à 500°C, 70,98% pour le plâtre calciné à 800°C. Ces pourcentages varient d'une température à une autre et élevée par rapport au tout venant cela explique que l'augmentation de ces pourcentages sont dû au traitement de calcination, à qu'on chaque fois on augmente la température les pourcentage de CaO et SO_3 augmente, ainsi on constate que la teneur en silice est quasiment constante dans tout les échantillons et approximative aux résultats du tout venant, ceci est dû à l'existence de quelque grains de silice dans nos échantillons, nous avons aussi observer des teneurs importante de l'oxyde de manganèse « MgO », qui est principalement due à la décomposition de dolomite durant la calcination et la teneur de l'oxyde d'aluminium « Al_2O_3 » qui reflète la légère quantité d'argile dans notre échantillon [61].

Par ailleurs, nous remarquons la présence de SO_3 et CaO avec des teneurs élevées, 65,82% dans PM ce dernier contient des teneurs très faibles en Fe_2O_3 , Al_2O_3 , P_2O_5 . On conclut que nos analyses sont comparatives à celle de PM qui explique que le gypse de boudjellil peut être utilisé dans le domaine médical. Selon la norme européenne notre échantillon est conforme [78].

III.4.2 Résultats d'analyse par spectrométrie d'absorption atomique

Tableau III.11 : Analyse des échantillons de gypse calciné par la SAA

| Echantillon | Pb (%) | Cd (%) | Fe (%) | Zn (%) | Cu(%) |
|---------------------------------|--------|---------|--------|--------|--------|
| Ech calciné à 150°C | 0.0101 | <0.0001 | 0.2370 | 0.0019 | 0.0013 |
| Ech calciné à 200°C | 0.0064 | <0.0001 | 0.2277 | 0.0006 | 0.0007 |
| Ech calciné à 500°C | 0.0082 | <0.0001 | 0.4460 | 0.0014 | 0.0004 |
| 5Ech calciné à 800°C | 0.0065 | <0.0001 | 0.2195 | 0.0007 | 0.0010 |
| Plâtre médicale | 0.0058 | <0.0001 | 0.0696 | 0.0009 | 0.0028 |

Les résultats d'analyses par SAA le tableau III.11, montre que les teneurs de métaux lourds (Pb, Cd, Zn, Cu) dans nos échantillons globaux ne varient pas beaucoup ils sont sous forme des traces, leurs teneurs sont presque de même ordre que celle de tout venant et PM %, cela indique que nos échantillons sont représentatifs dans le domaine médical et la présence de Fe dans tout les échantillons est du à une légère contamination. Nos échantillons sont représentatifs selon la norme européenne et britannique [79]

III.3.4 Résultats par la diffraction de rayon X

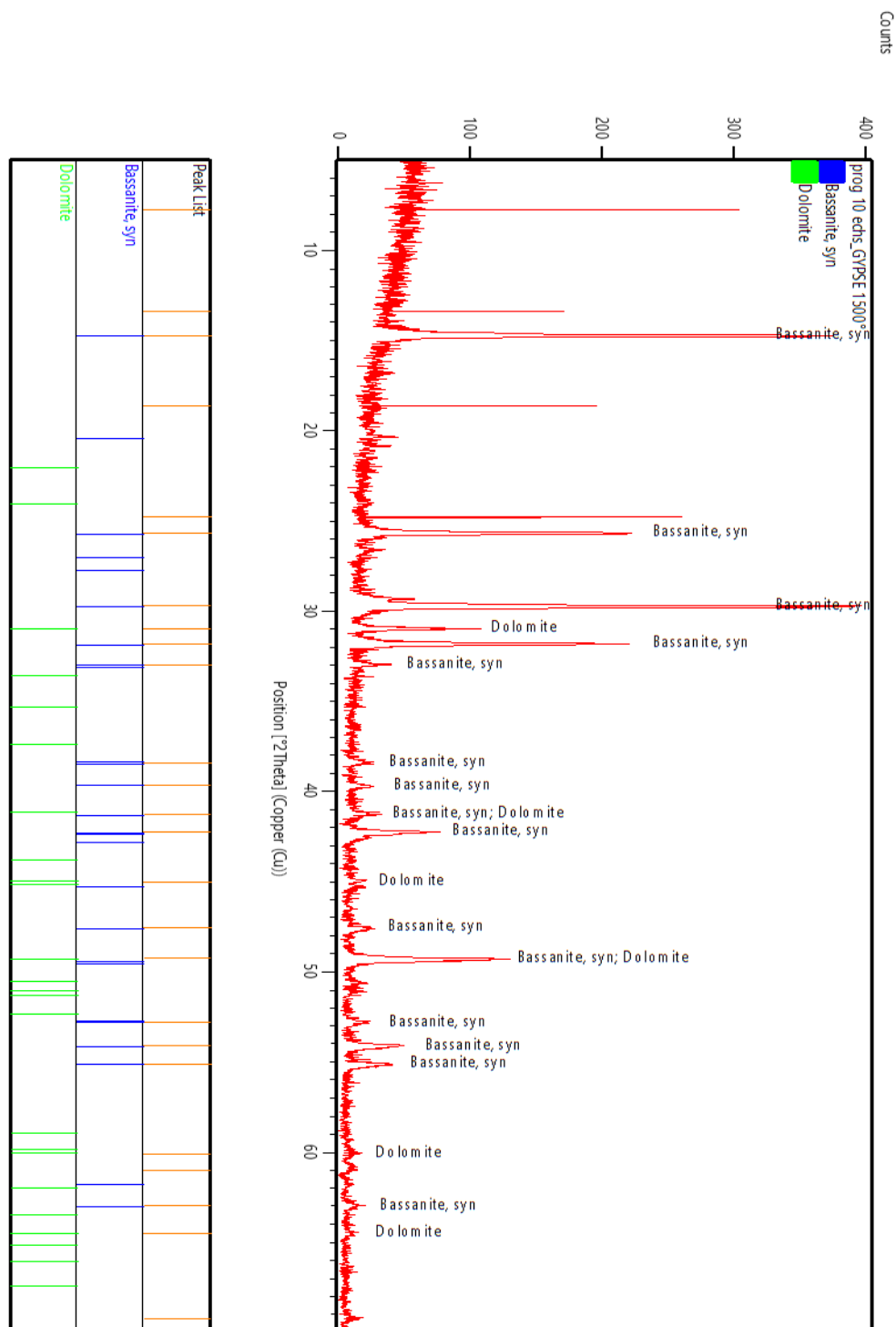


Figure III.6 : Diffractogramme de l'échantillon du gypse calciné à 150°C

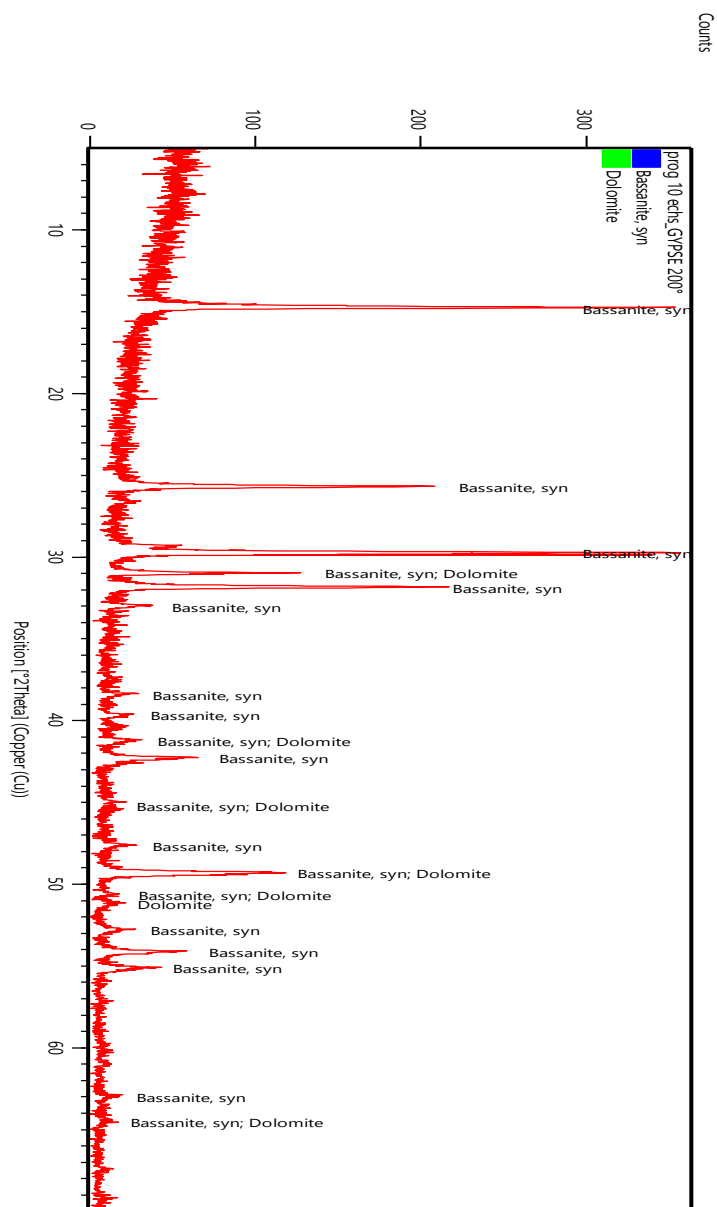


Figure III.7 : Diffractogramme de l'échantillon du gypse calciné à 200°C

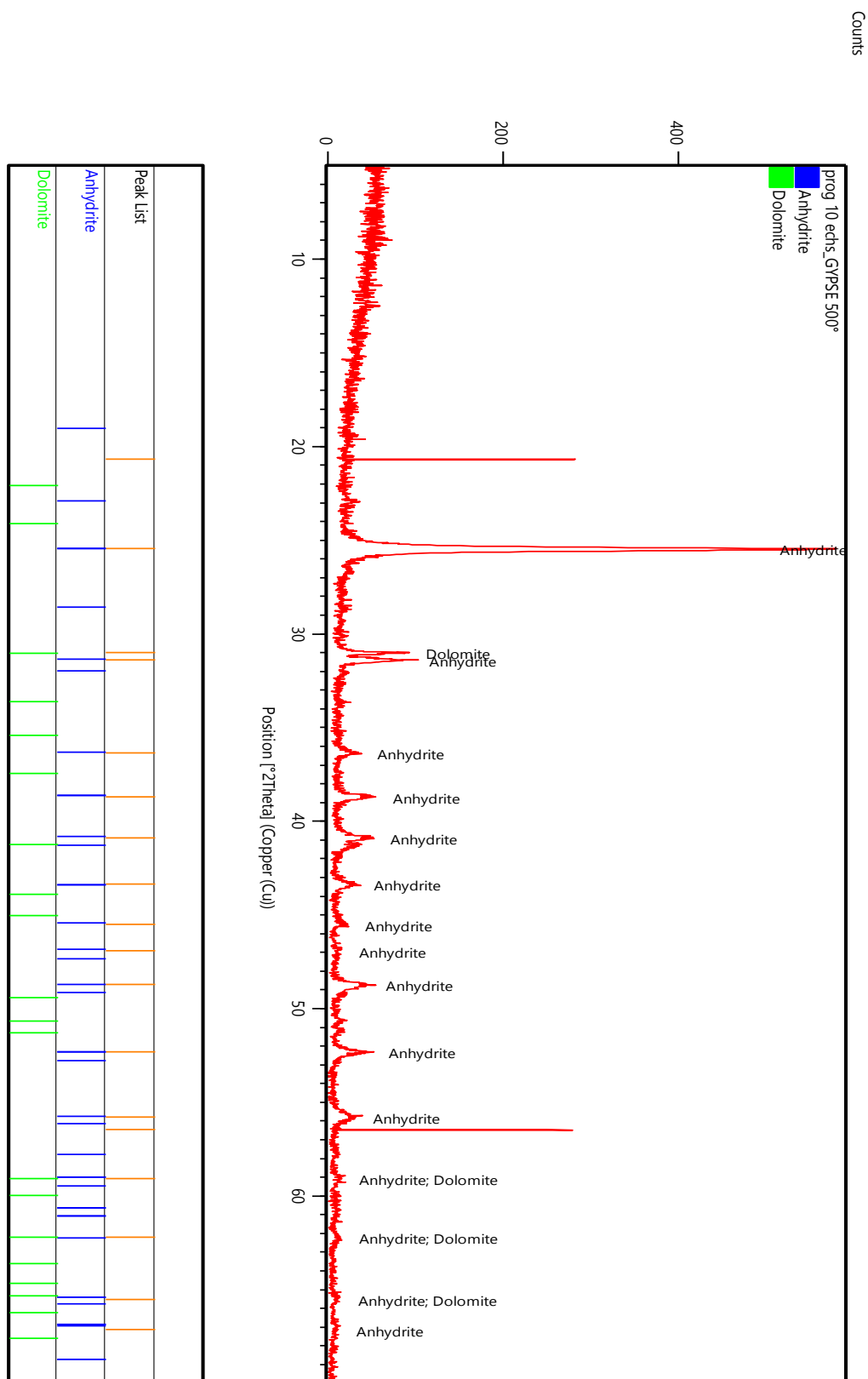


Figure III.8 : Diffractogramme de l'échantillon du gypse calciné à 500°C

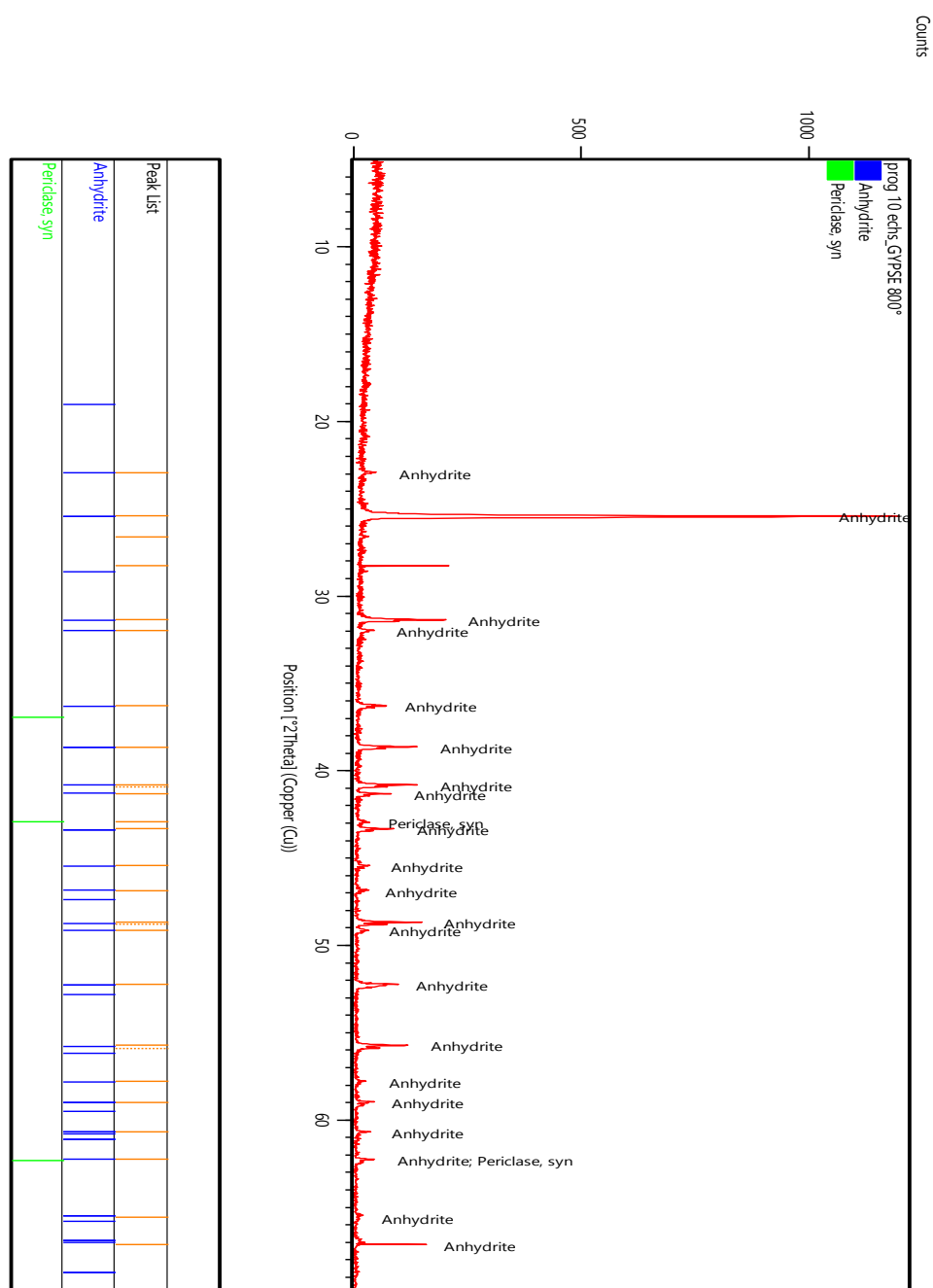


Figure III .9 : Diffractogramme de l'échantillon du gypse calciné à 800°C

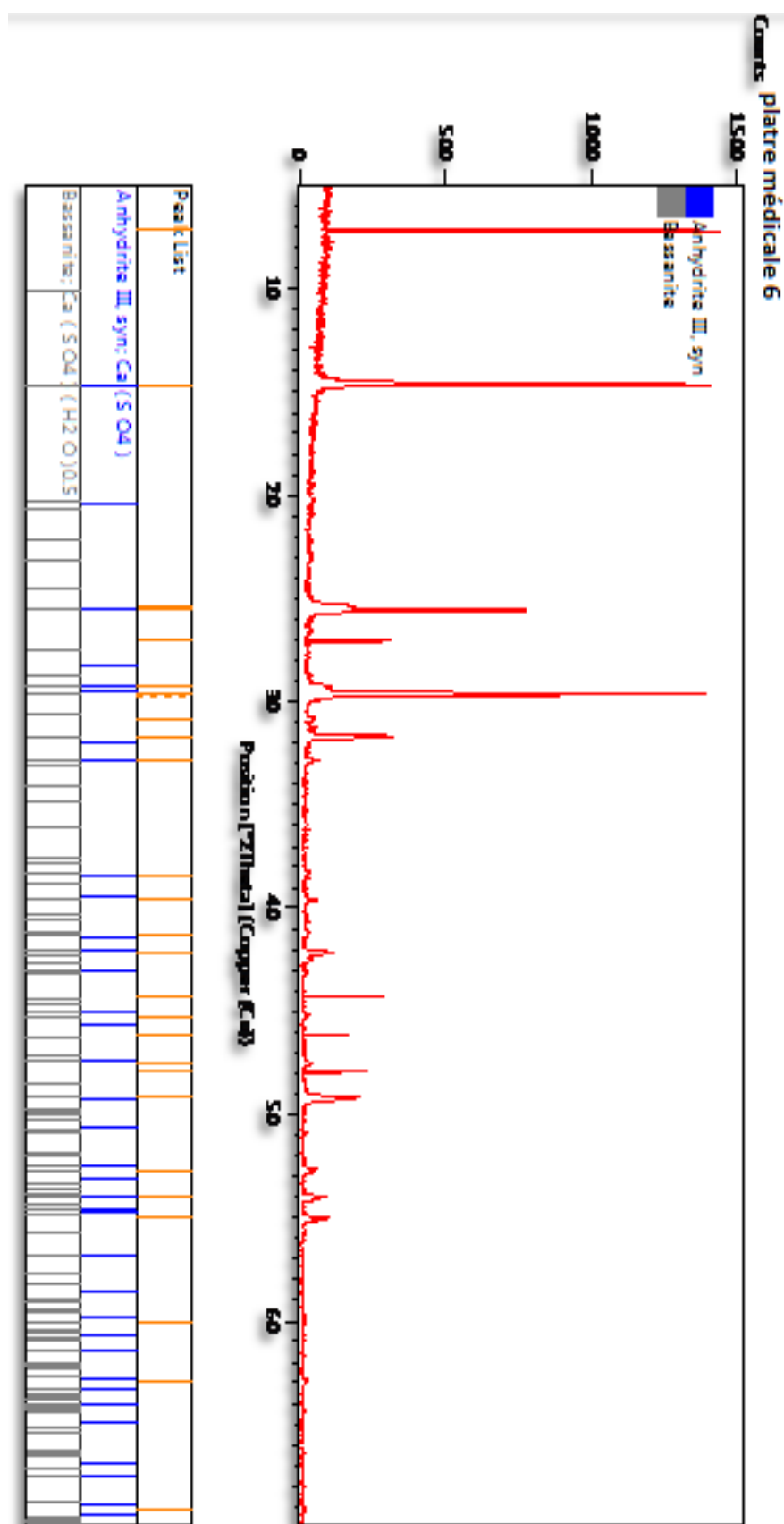


Figure III .10 : Diffractogramme de l'échantillon plâtre médical

Les diffractogrammes obtenus par diffraction de rayon X nous a permis de prévoir la composition minéralogique des échantillons calciner a déférente température.

Les pics de diffraction concernant les échantillons 150°C et 200°C qui sont respectivement présentée par les figures III.6, III.7, on constate qu'il y a une déshydratation partielle du gypse il devient de bassanite ce dernier il est représenté avec des intensité très élevée ainsi que la présence d'une intensité faible de dolomite se qui explique que le minerai dominat est le gypse.

Selon le diffractogramme obtenu pour l'échantillon à 500°C **figure III.8**, on observe la disparition totale de l'eau, (déshydratation total de gypse) et l'apparition de l'anhydre CaSO_4 avec des intensités élevées et la présence de dolomite avec des intensité faible. D'après la figure III.9, l'échantillon à 800°C on note l'existence de périclase (MgO) avec une faible teneur. Ce dernier provient de la décomposition de la dolomite lorsque la dolomite atteint le point de fusion il est aussi dû principalement à la présence des calcaire massif et des schistes calcaire consistants comme cité déjà dans la partie géologique de gisement[62]. Ainsi qu'on a remarqué l'abondance de l'anhydrite, ce dernier est l'élément dominant.

D'après la **figure III.10**, on peut conclure que les principaux constituants du plâtre médical sont la bassanite et l'anhydrite avec des pics élevés ce qui explique que notre échantillon contient des impuretés tels que la dolomite qui est due à l'échantillon de base.

De cette comparaison on conclut que le gypse de boudjellil peut être utilisé dans le domaine médical et selon les travaux de robert achola [80]. Notre échantillon peut être utilisé dans l'immobilisation des os.

Conclusion

D'après les résultats que on a obtenus on conclut que le gypse de boudjellil peut être appliqué dans le domaine médical.

Mais s'il dépasse les normes il provoque une déshydratation pour la peau. Tant dis que s'il est inferieur à la norme il n'est pas utile pour fabriquer le plâtre médical.

Conclusion générale

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé à la société de l'ORGM (l'office nationale de recherche géologique et minière) ; le suivi et les différentes analyses effectuées depuis le traitement de la matière première jusqu'à l'obtention du plâtre,

L'approche étudiée vise à mettre en place des méthodes d'analyse permettant de caractériser le gypse de boudjellil avec la bande plâtrée afin de répondre à nos objectifs.

Les résultats obtenus lors de cette investigation, confirment l'intérêt pratique de l'utilisation du gypse dans le domaine médical. Cette observation est basée sur les résultats obtenus lors des différentes analyses appliquée sur nos échantillons.

Les résultats de l'analyse minéralogique par la diffraction X de notre échantillon de départ avant la calcination nous révèlent la présence de bassanite de notre échantillon et les résultats de l'analyse après la calcination nous révèlent la présence des autres minéraux tels que la dolomite, l'anhydrite, préclase.

Les résultats des analyses chimiques par la méthode Fluorescence X avant et après la calcination nous a permis de déduire que SO_3 et le CaO sont les éléments majeurs pour nos échantillons et les résultats avant et après la calcination apparaît que notre échantillon contient quelques impuretés avec des teneurs très faibles qui n'influence pas sur notre objectif avant et après la calcination.

Le gypse contient de la silice sous forme du quartz, ce qui n'est pas un handicap dans le gypse ou le plâtre mais constitue par ailleurs une charge. Ainsi les éléments gênants qui peuvent nuire à l'aspect générale du plâtre et à son application pouvant causer des efflorescences aux éléments du plâtre lors du séchage sont le fer, les alcalins, le P_2O_5 , Ba, Sr, Pb...ect, et les matières organiques, ces derniers se trouvent en quantités très faibles dans le gypse de boudjellil, ce qui le prédispose à des applications dans les différents domaines, à savoir la construction, le moulage, la décoration et la pharmacie.

Par ailleurs l'analyse granulométrique a révélé que notre échantillon est hétérogène.

Par la suite les résultats qu'on a obtenu sont représentés a ceux de la bande plâtrée. Nos échantillons répond à les deux norme européenne.

On conclue que le gypse de boudjellil traité s'y prête bien pour la fabrication localement des plâtres utilisés dans la fabrication des bandes.

Références bibliographiques

- [1] :GUILHOT B. Thèse, Grenoble,2010 Interactions du gypse avec les autres constituants du sol. Analyse microscopique de sols gypseux en zone aride (Algérie) et études expérimentales. “Soil micromorphology”. Fedoroff et al. Ed., A.F.E.S.- plaisir, France, pp : 179-186.
- [2] : Lexique de petrographie_fred _ lexique de pétrographie (2011). R. Boudchicha , Thèse de doctorat, « Etude de la cristallisation et des cristallisations et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques de céramiques préparés à partir de Kaolin- Dolomite », Batna (2010).
- [3] :L’Institut de Céramique Française : Philippe Orliac, Jean Pierre Mary,Vincent Tison, Thierry Poirier et Jean-Marie Gaillard. Le CFA Céramique Bourgogne : Philippe Dubois. LP
- [4] :Mr. BOUNOUA FETHI Technologie De Fabrication Et Contrôle De La Qualité Du Plâtre(Cas De SPDG – Noumeirates, W. Ghardaia) Université Badji Mokhtar-Annaba
- [5]: MAGNAN R. Congrès Eurogypsum, Stockholm, 1998. Frenkel H., Gerstl Z., Renger Van de Veen J., 1986 Determination of gypsum and cation exchange capacity in arid soils by resin method. Geoderma, 39, pp: 67-77.
- [6] : WIRSCHING. Étude faite dans le cadre de l’Eurogypsum sur les phases du $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, juin 1965.
- [7] : Notice techniques:. du 10 janvier 2003 Travaux d’injection des anomalies liées à la dissolution du gypse antéludien
- [8] : Les méthodes de reconnaissance ; journée thecnique CFGI-SIM- ECOLE DES MINES DE PARIS 23 octobre 2014 (gypse, anydrite : geologie, exploitation, risques naturelles)
- [9] : communes de Saint-Jean-de-Maurienne et de saint-pancrace, département de la Savoie Rubriques 25-10 et25-15 de la nomenclature des installation classées pour la protection de l’environnement janvier 2011
- [10]: VANT HOFF J.H, WELGERT F., ARMSTRONG E.F, HIGRIGHSEN W., JUST- Z. physikal-chem, 45,237,1903 .traitement de gypse.
- [11]: EYRAUD Ch., MURAT M., BARRIAC P. Bull. Soc. Chim. Fr., 12, 4640-4642, 1999.caractérisation physico-chimique du plâtre département de la Savoie rubrique 96-180 de la fabrication des carreaux 2009

[12]: BARRIAC P., ERYAUD Ch. Rev. Mat. Constr., 606,115-122, 1998. Les méthodes de reconnaissance de la recristallisation de l'eau dans le gypse N° 48 David LOU, Malika NOUAT.

[13] : Technique d'ingénieur par Daniel DALIGAND Président du CEN/TC 241 Plâtres et produits à base de plâtre Secrétaire général du Syndicat national des industries du plâtre.

[14] Alonzo J.J.G-A., 1996 Vegetation and soils on gypsiferous outcrops: Geographical contribution in an Eastern Sector of Madrid basin (Spain). Proc. Int. Symposium on soil with gypsum. Lleida, Catalonia, Spain.

[15]Ansan V., Arbey F., 2003. Les adernes et leur minéral. Formes, descriptions et caractérisations d'Aubert G., Boulaine J., 1967 La pédologie. PUF, Paris. Coll.

[16] A A R D T V.J.H.P. (1975), Thumasite formation : a cause of deterioration of portland cement and related substances in the presence of sulphates, Cement and Concrete Research, vol. 5, 3.

[17] Mémoire hors-série n° 6 du Bulletin , l'origine et formation de gypse ,CHAPELLIER D. (1987) – Diagraphie appliquée à l'hydrogéologie, Edition Lavoisier

[18] INERIS (2007) - Evaluation et traitement du risque de fontis lié à l'exploitation minière, rapport d'étude DRS-07-86090-05803A

[19] TOULEMONT M. (1987) – Les gypses lutétiens du Bassin de Paris ; sédimentation, karstification et conséquences géotechniques, Paris, Ministère de l'Equipement, du Logement, de l'Aménagement du territoire et des Transports, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 320 p.

[20] Harbenpeter (2010), Gypsum and anhydrite. The industrial handybook, a guide to markets, specification & prices, 4th edition, P. W. Harben inc Las Cruces USA, 412p
MARTEAU Pascal (2011), Mémento roches et minéraux industriels. Gypse et anhydrite, rapport BRGM R-33722.

[21] Bulletin d'Information des Géologues du Bassin de Paris, n° 41 CAVELIER Cl. et LORENZ J. (1987) – Aspect et évolution géologiques du Bassin Parisien,

[22] CARBONNIE M., DEICHA G., FONTES J.-C., LABOURGUIGNE J., LE CALVEZ Y., MEGNIEN Cl., POMEROL Ch., RENARD M. et SABOURAUD C. (1974) – Compte rendu des discussions sur l'origine du Gypse Ludien,

[23]: KELLEY K.K., SOUTHARD J.C. ANDERSON C.T. Thermodynamic properties of gypsum and its dehydration product Technical paper n°625, Bureau of Mines, 1941.

- [24]: VANT HOFF J.H, WELGERT F., ARMSTRONG E.F, HIGRIGHSEN W., JUST- Z. physikal-chem, 45,237,1903.
- [25]: EYRAUD Ch., MURAT M., BARRIAC P. Bull. Soc. Chim. Fr., 12, 4640-4642, 1903.
- [26]: BARRIAC P., ERYAUD Ch. Rev. Mat. Constr., 606,115-122, 1997. BENSTED J.- Cement Technology, mars- avril 1972.
- [27]: BENSTED J. - Zement- Kalk Gips, 1975, 9, 401-402. SBORGI U., BIANCHI C. – Gazz. Chim. Ital., 70, 823-835, 1999.
- [28] $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Acta Crystallographica, 1974. B30: p. 921-929
- [29]: POWER W.H., FABUSS B., -J Chem. Eng. Data, 9, 437-442, 2002
- [30]: KELLEY K.K., SOUTHARD J.C. ANDERSON C.T. Thermodynamic properties of gypsum and its dehydration product Technical paper n°625, Bureau of Mines, 2004
- [31]: CHASSEVENT L. –Ann. Chim., 6, 244-294, 1926.
- [32] YOUNCFI KHALED. Mémoire de master sur Etude environnemental sur l'usine de fabrication de plâtre KNAUF- Fleuris, Faculté de chimie, Département de chimie organique industrielle, Université d'Oran, juin
- [33] : LAVOISIER A. – Men. Math. Phys., 5, 341, 1768.
- [34] : WEISER H.B, et MORELAND F.B., J. Phys. Chem., 36, 1, 2004
- [35] :Auvray C., 2003 Vieillissement et comportement rhéologique du gypse. Thèse de doctorat de l'I.N.P.L., Spécialité : Génie civil – Hydrosystèmes Géotechnique, 279 p.u gypse. Ed. Spécial – fontaine, Paris,75p.
- [36] : Arrêté du 21 Novembre 2002 relatif à la réaction au feu des produits de construction et d'aménagement," Journal officiel de la république française, 2003, pp. 1-15.
- [37] : Norme AFNOR, "NF EN 1363-1, Essais de résistance au feu," 2000.
- Pake, Journal of Chemical Physics, 1948. 16: p. 327
- [39] :C. Langlais and S. Klarsfeld, "Isolation thermique à température ambiante. Classification des isolants," Techniques de l'ingénieur, vol. C3370, 2004, pp. 1-12.
- [40] :De Jong, W. and Bouman, J., Zeitschrift für Kristallographie,2000. 100: p. 275.
- [41]: Cole, W. and Lancucki, C., A refinement of the cristal structure of gypsum
- [42]:. Dowty, E., Computing and drawing crystals shapes. Amer Mineral, 1980. 65: p. 465-471.
- [43] : Amathieu, L., Influence d'adjuvants organiques sur la texture cristalline de plâtres pris. 1985, Thèse de doctorat de la Faculté des Sciences et Techniques St Jérôme. p. 183.

- [44]: Finot, E., Lesniewska, E., Mutin, J. C., and Goudonnet, J. P., Reactivity of gypsum faces according to the relative humidity by scanning force microscopy. *Surface science*, 1997. 384: p. 201-217.
- [45] : E. P. Lokshin, B. I. Gurevich, T. A. Sedneva, I. A. Tikhomirova, and V. V. Tyukavkina, Inorganic Synthesis and Industrial Inorganic chemistry Recovery of Nitric Acid To Obtain a Gypsum Binder, *Russian Journal of Applied Chemistry*, Vol. 77, N° 7, 2004, pp. 1050 -1055. Translated from *Zhurnal Prikladnoi Khimii*, Vol. 77, N°7, (2004), pp. 1066 -1071.
- [46] : B. Aranda, « Réactivité et durabilité de mélanges à base de β Anhydrite III/ β Anhydrite III' et de liants minéraux classiques », Thèse de doctorat, Université de Rennes 1, Rennes, 2012.
- [47] : C. Baux, « Procédé de fabrication industrielle de compositions à base de sulfate de calcium sous forme bêta anhydrite III', composition et liants correspondants », FR293368
- [48]:N.B. Singh and B. Middendorf, "Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to gypsum crystallization," *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, vol. 53, 2007.
- [49] :D. Daligand, "Plâtre," *Techniques de l'ingénieur*, vol. C910, pp. 1-16. A. Lewry and J. Williamson, "The setting of gypsum plaster," *Journal of materials science*, vol. 29, 1994, pp. 6085-6090.
- [50] J. Bensted and S. Prakash, "Infrared Spectra of Calcium Sulphate Hemihydrate," *nature physical science*, vol. 232, 1990, pp. 174-175.
- [51] A. L la voisier,Extrait de deux mémoire sur le gypse lus à l'académie royale des sciences, mémoire de lavoriser VOL 3.1 1756 .PP106-125
- [52] Ce document est réalisé dans le cadre de la convention de coopération conclue entre le ministère de l'éducation nationale et la CICF. Vol222,2011,pp 120-122 2014
- [53] Plâtre médical interview Nadine Biet (p.2) / technique Le plâtre et les soins à la personne géologie L'Association des Géologues du Bassin de Paris a 50 ans (p.6) / actualité du plâtre VOL C 547 PP 95-112
- [54] A. Davister, Belgium, Le phosphogypse déchet (plus ou moins nuisible) ou ressource, P.M.Rutherford et al. / *Sci.total.Environ.* Vol. 149, (1994) pp. 1-38.
- 3- B. Middendorf, H. Budelmann, in, *Proceedings of the Fifth Euroseminar on Microscopy Applied to Building Materials*, Leuven, Belgium, vol. 40, September 14 et 15, 2009.
- [55] naoufel bhourri comportement thermodynamiques et dimensionnelles des matériaux de la bande plâtrée thèse doctorat, l'école national d'ingénieur- France 09/11/2010

- [56] technologie et chimie de plâtre médicale de la fibre à l'article livre 2^{ème} édition dunod paris 2009, ISBN 678-10-0575909 EC 25sylvian
- [57] celine matias synthèse caractérisation multi-échelle de matériaux poreux en évaluation cas de plâtre medical ,université de toulon et du var,2011 french
- [58]Modelage : Michel Poisson et Rémy Lacroix. le traitement et valorisation gypse en France (2011) plâtre immobilisation , Mat. Const, 322,112-113
- [59] technique de plâtre dans la médecine L'Association des Géologues du Bassin de Paris. CHAUVEL, Y-L. TURPIN Date de création du document 2009-2010 Université Médicale Virtuelle Francophone -Support de Cours (Version PDF) la lettre blanche / Technique Plâtres de moulage septembre 2014 / n°50
- [60] V.STAROVITOV et R.AOUDIA,< Rapport sur la prospection détaillée du gisement de boudjellil> SONAREM , TIZI OUZOU janvier 1997. Documentation spécial sur les plâtrière de boudjellil, SOMACOB 1997.
- [61] entreprise national de développement et de la recherche industrielle des matériaux de construction < Etude d'aptitude de plâtre de boudjellil à la fabrication de carreaux de cloison > boumerdès 1988
- [62] MERABET.D et ARKOUB.H< Etude des plâtre et gypse de boudjellil> laboratoire de de technologie des materiau, université de A-MIRA de Bejaia
- [63] :NF EN 932-1 (déc. 1996)
- [64] : Ministère de l'Enseignement Supérieur, de la Recherche Scientifique et de la Technologie Université Virtuelle de Tunis(2001) vol1254
- [65] :Codex Alimentarius (1989)Noms de catégorie et système international de numérotation des additifs alimentaires. CAC/GL 36-1989
- [66]: L'vov, B. V., « *Fifty years of atomic absorption spectrometry* », *Journal of Analytical Chemistry*, vol. 60, 2005, p. 382 (DOI [10.1007/s10809-005-0103-0](https://doi.org/10.1007/s10809-005-0103-0))
- [67]: Arch J. &Maltman A., **1990**, *Anisotropic Permeability and Tortuosity in Deformed Wet Sediments*, J. Geoph. Res, 98 (B6), p. 9035-9045.
- [68] :Bruker AXS Microanalysis GmbH, Stosnach, H, (2006) S2 PICOFOX, Total Reflection X-Ray Fluorescence Spectroscopy – Working Principles. Disponible
- [69] : NF EN 1097-7 : 1999 norme de la détermination le taux de porosité

[71] : NF P 18-555 :1978norme de la détermination de la densité

[72] : Pierre Blazy et El-Aid Jdid, « Métallurgie extractive - Pyrométallurgie », dans *Techniques de l'ingénieur*, Éditions techniques de l'ingénieur, 10 mars 1998

[73] :NF EN 1097-1999 norme pour la détermination l'humidité naturelle

[74] : [74]Introduction to X-ray Powder Diffraction, R. Jenkins, R. L. Snyder, éd. Wiley Interscience, 2000computerized powder identification system, G. G. Johnson Jr., V. Vand, Ind. Eng. Chem vol. 59, p19, A Fortran II program for the identification of X-ray powder diffraction patterns, M. C. Nichols, UCRL-70078, 1966

[75]:Torsten Detloff, « *Particle size distribution by space or time dependent extinction profiles obtained by analytical centrifugation (concentrated systems)* », sciencedirect.com, 2007 « *Transparent, colorless infrared radiation absorbing compositions comprising nanoparticles* », 2010

[76]: P. J. Lechler et M. O. Desilets, « A review of the use of loss on ignition as a measurement of total volatiles in whole-rock analysis », *Chemical Geology*, vol. 63, 1987 ,p. 341-344

[77] :travaux pratique préparé par M.GHOMARIF et Mme BENDI-OUISA

[78] : la norme NF.B.12.300 détermination des degré de constituant de gypse

[79] :NB.12.300 et .12.NB.F détermination des impuretés de gypse

[80] : robert ACHOLA. L'Institut de plâtre de Française les principe constituant de plâtre medical N°43 laboratoire chimie JUNÈVE LES BONNES PRATIQUES DEL'IMMOBILISATION 2015 .

.

Annexe 1 Présentation générale de l'entreprise ORGM

I. Historique de l'ORGM :

L'office de recherche géologique et minière (ORGM) à été créé en 1993 par la fusion de l'entreprise de recherche minière (EREM) et l'office national de l'infrastructure géologique (O NIG).

L'ORGM était composé jusqu'en 2003 de deux directions :

- Direction de la recherche ;
- Direction de la géologie ;

La nouvelle loi de 2001, portant ouverture du marché Algérien sur l'extérieur a rattaché l'ORGM à l'agence nationale de géologie et du control minier (ANGCM) et l'agence national du patrimoine miné, qui sont tous deux supervisés par elle (ORGM).

L'ORGM dispose de 5 sites situés respectivement à : Tamanrasset, Béchar, Sidi Bel Abbes, Tizi- ouzou et Tébessa.

II. Les activités de l'ORGM :

Etude de géo-services :

- Des travaux de recherche minière et /ou d'infrastructure géologique ;
- Des études de gisement ;
- Des travaux d'études et de développement minier ;
- Des études d'impacts sur l'environnement ;
- Des plans d'affaires pour les petites et moyennes mines ;
- Des travaux (traitement /interprétation) géophysique.

Géotechnique-matériaux de carrière :

- Analyse physico-chimique ;
- Valorisation –HALL D'ESSAI.

Forage- topo- géophysique :

- Forage ;
- Topographie ;
- Géophysique.

Annexe 2 Préparation de l'échantillon par dosage par SAA

➤ Mise en solution des échantillons par l'attaque acide

Dans un bécher mettre 0,5 g d'échantillon et 20 ml d'eau régale 5 ml de HF acide fluorhydrique et 15 ml HNO_3 et mettre sur bain de sable sous la hotte jusqu'à ce que l'eau s'évapore complètement.

Après refroidissement ajoute 10 ml d'eau distillée et 10 ml de HCL concentré à 35% et remettre dans une plaque chauffante à 180 °C jusqu'à l'ébullition. Verse dans une fiole de 500 ml et ajuster jusqu'au titre jauge .

Annexe 3 Analyse granulométrique de l'échantillon

III.1 Diamètres moyenne

On a les diamètres suivants :

$$\mathbf{D10} = 0.15$$

$$\mathbf{D30} = 0.3$$

$$\mathbf{D50} = 0.55$$

$$\mathbf{D60} = 0.75$$

III.2 Coefficient d'uniformité

$$\mathbf{Cu} = D60 / D10$$

$$\mathbf{Cu} = 5$$

Pour $\mathbf{Cu} > 2$ la granulométrie étalée

III.3 Coefficient de courbure

$$\mathbf{Cc} = (0.3)^2 / (D10 * D60)$$

$$\mathbf{Cc} = (0.3)^2 / [(0.15) * (0.75)]$$

$$\mathbf{Cc} = 0.8$$

Chapitre I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

PARTIE I : GENERALITES SUR LE PLÂTRE

CHAPITRE II

MATERIEL ET METHODES

CHAPITRE III
RESULTATS ET DISCUSSIONS

Résumé

L'intérêt de ce travail s'inscrit dans un cadre général de caractériser le plâtre de boudjellil de wilaya de Bejaia dans le domaine medical son but est d'apprécier la qualité de gypse en terme d'absence des impuretés tels que les métaux lourds lors qu'il est utilisé dans la médecine. Les éléments clés dans le processus de traitement du gypse qui ont été effectué avec des différentes analyses physiques, chimiques et minéralogique, ces derniers sont nécessaires afin de produire un matériau répondant aux normes européenne et britannique.

Mots clés : Gypse, anhydrite, semihydrate α , semihydrate β , plâtre médical, Déshydratation, calcination. Caractérisations

Abstract

In this work, the general characterization and valorization of plaster is studied according to gypsum of boudjellil Bejaia in medical field. His objective is to appreciate the gypsum quality in term of absence of impurities such as heavy metals which can be used in medicine. The keys elements in treatment process of gypsum which have been done with the different physicals analyses, chemical and mineralogical. In addition, these letters are necessitated in order to produce material meeting European and British standards.

Keys words: gypsum, hanydrite, semihydrate α , semihydrate β , dehydration, calcination, caracterisation