

50376  
1984  
306

50376  
1984  
306

LILLE 1984 - n° d'ordre 1144

THESE présentée à l'Université des Sciences et  
Techniques de Lille pour obtenir le titre de  
DOCTEUR DE TROISIEME CYCLE  
(mention géologie appliquée )



par Christine IMBENOTTE

**LES KAOLINS DE L'ETAT  
DE VICTORIA (AUSTRALIE).  
LEUR UTILISATION DANS  
LE PAPIER COUCHE.**

*soutenu le 20 février 1984 devant la Commission d'examen*

<b>MM.</b>	<b>M. WATERLOT</b>	}	<b>Président Rapporteur</b>	
	<b>J. LOVERING</b>		}	<b>Examineurs</b>
	<b>P. CARPENTER</b>			
	<b>H. JUD</b>			
	<b>B. MAITTE</b>			
	<b>R. J. W. Mc LAUGHLIN</b>		<b>Rapporteur</b>	

Travail effectué au Département de Géologie de l'UNIVERSITE de MELBOURNE  
(AUSTRALIE) et à l'UER des Sciences de la Terre de l'UNIVERSITE de LILLE I (FRANCE)  
avec l'aide du GOUVERNEMENT AUSTRALIEN

## AVANT - PROPOS

---

En préambule à l'étude des kaolins de l'Etat de Victoria dans le couchage du papier qui est la substance de la présente thèse, je tiens en premier lieu à remercier Monsieur le Professeur Michel WATERLOT qui m'a fait l'honneur d'accepter la présidence du Jury de thèse.

C'est lui, déjà, qui m'avait procuré la possibilité d'obtenir une bourse à l'Université de Melbourne où j'ai, dans une ambiance de travail stimulante et cordiale, tant sur le terrain que dans le campus, rassemblé les éléments de ce travail.

Mes remerciements très motivés, sincères, vont ensuite à Monsieur Bernard MAITTE, Maître-Assistant à l'Université de Lille I, qui, par ses conseils et son amitié, a largement contribué à la réalisation de ce mémoire et qui a bien voulu accepter de juger le résultat final de mon travail.

J'exprime aussi ma gratitude à Monsieur Henri JUD, Ingénieur E.F.D., spécialiste du papier, qui m'a apporté les éléments essentiels de ma connaissance du papier couché et qui a bien voulu accepter de siéger dans le jury.

L'on m'excusera, je l'espère, si j'exprime tout à l'heure en langue anglaise, mes remerciements aux deux personnalités australiennes qui siègent dans le jury.

Je tiens encore tout particulièrement à remercier John TERRY pour ses nombreux conseils toujours judicieux et son amicale disponibilité; Jean-Pierre LECLERC qui m'a toujours conseillée avec amitié; Didier Le MAGUERE pour la réalisation à l'étude de la microsonde; Gérard MOORTGAT, de l'Université Polytechnique de Mons dont l'aide me fut précieuse pour mener à bien l'interprétation des phénomènes rhéologiques.

Je n'oublierai pas non plus mes amis, Monsieur Maurice GUILLON et Madame LEROY qui m'ont toujours réservé un accueil très chaleureux.

Pour terminer je me dois d'exprimer toute ma gratitude à Dorothée LAMOITIER qui m'a assistée avec une grande efficacité critique dans la relecture de mon manuscrit; Madame MASSINON qui a établi la dactylographie que voici; Monsieur J. CARPENTIER qui assura la parfaite reproduction des photographies; Madame BREDION et Monsieur PLUQUIN aux dévouements de qui je dois la réalisation rapide de cette brochure.

La réalisation de ce mémoire a été réalisée dans une ambiance sympathique au Laboratoire de Géologie fondamentale et je remercie tout particulièrement Claudine BERQUER, Hervé COULON et Annie MASTRANGELO .

Enfin, je veux remercier tous les membres de ma famille qui, par leur amour, leur dévouement et leur disponibilité, ont rendu possible la réalisation de ce travail et, en particulier, Alphonse, Capucine, Claude, Franck, Françoise, Gustave, Marcelle, Suzanne.

Cette année vécue en Australie s'est en même temps révélée une expérience passionnante sur le plan personnel et sur le plan familial et l'on comprendra que je désire, comme entre parenthèses, exprimer ici ma gratitude à mon mari qui a choisi de m'accompagner pour ce séjour avec notre fille dans le premier âge, qui a su là-bas assurer notre subsistance matérielle et a retardé d'un an le démarrage de sa propre carrière.

ACKNOWLEDGMENT TO AUSTRALIAN PEOPLE

I wish to thank the Department of Education of the Government of the Commonwealth of Australia which allowed me to carry out this research under the Australian European Awards Program.

I wish to thank Mr CARPENTER, First Secretary cultural Affairs, to the Australian Embassy in France who helpfully managed to make possible my family passage and stay in Australia, and hence my work there. I am proud that he accepted to sit as a member of this jury.

I wish to thank more particularly Professor J. LOVERING, Head of the Department of Geology, University of Melbourne, I appreciate very much the honour he bestowed on me by coming as a most distinguished member of my jury for the purpose of hearing me report my Australian work in a language alien to him.

I am more particularly and greatly indebted to Dr. R.J.W. McLAUGHLIN who welcomed me and my family in Melbourne and who supervised the progress of my work.

I am grateful to Mr. LENAÏTRE, Chairman, who welcomed me at the Earth School in Melbourne University and let me use all the facilities of the Department.

It impossible for me to list here all my friends in the Department of Geology of Melbourne; the following will be representatives for the whole : Doctor MARSDEN and Mrs MARSDEN who displayed such kind and efficient assistance on our arrival and installation, and through out our stay; Antony CRAWFORD , Bruce REDMAN, Peter and Katy McGOLDRICK and X, Y, Z, who proved to be so nice, pleasant and obliging companions, and also Kirrian and Angus FERGUSON, their parents and Marilyn and Jan MORLEY who became extra bosom friends; all members of the administrative and technical staffs who consistently helped me through the Australian ways and means, for Neil ARCHBOLD, Phil HANNEKER, Mauna HAUUKA, Pat KELLY and David for instance.

R E S U M E

L'étude des kaolins de l'Etat de Victoria est abordée dans un but économique. Ces kaolins peuvent-ils être utilisés dans le papier couché ? Possèdent-ils des qualités de blancheur, de non abrasivité et d'aptitude à la mise en suspension ? Ce dernier point est primordial.

En effet, pour que la couche minérale (ici, du kaolin) à laquelle sont ajoutés des liants, soit déposée sur la feuille de papier, dans des conditions optimales, elle doit être suffisamment fluide.

Les propriétés rhéologiques des systèmes eau-argile de diverses carrières sont donc étudiées, ce qui permet de classer les kaolins de Lal Lal et Pittong comme bons et ceux de Bulla, Hallam et Pyalong comme inadaptés au couchage.

Pour caractériser ces kaolins, plusieurs études sont entreprises. La présence d'impuretés au sein de la fraction argileuse est décelée par une analyse chimique en fluorescence X. Le degré de cristallinité est apprécié par diffractométrie. La morphologie et le mode d'assemblage des particules argileuses est observée au microscope électronique à balayage. Ces études permettent de corréliser les propriétés cristallographiques, superficielles et rhéologiques des kaolins.

(Ce résumé est reproduit sur une feuille de papier couché)

A B S T R A C T

*Kaolins are often used to improve paper quality. Thus, were kaolins of Victoria usable for coated paper and especially had they the necessary qualities : brightness, non-abrasiveness and low viscosity ?*

*Rheological properties of water clay suspensions of some quarries have been studied, and allowed to show that Lal Lal and Pittong were suitable, while Bulla, Hallam and Pyalong ones were not able to be used for coating.*

*To characterize those kaolinite-clays, different studies have been undertaken. X-ray fluorescence was used to detect impurities in the clay, while X-ray diffraction allowed to precise the structure and the degree of crystal perfection. The morphology of clay particles and their association were observed by electron micrography.*

*It seems therefore that there is a correlation between the cristallo-chemical and rheological properties of kaolinite clays.*

*(This abstract is printed on a coated paper)*

TABLE DES MATIÈRES

	Pages
AVANT PROPOS .....	I
ACKNOWLEDGMENT TO AUSTRALIAN PEOPLE .....	III
RESUME .....	IV
ABSTRACT .....	V
TABLE DES MATIERES .....	VII
LISTE DES FIGURES .....	XIII
LISTE DES TABLEAUX .....	XVII
PLANCHES PHOTOGRAPHIQUES .....	XIX
INTRODUCTION .....	XXI
INTRODUCTION .....	1
<u>PREMIERE PARTIE : CADRE D'ETUDE</u>	
1. L'INDUSTRIE DU PAPIER COUCHE .....	3
1.1. DEFINITION DU PAPIER .....	3
1.2. LA FABRICATION DE LA PATE A PAPIER .....	7
1.3. LA FABRICATION DU PAPIER .....	7
1.4. LE PAPIER COUCHE .....	11
1.4.1. Définition d'un papier couché .....	11
1.4.2. Le couchage .....	13
1.4.3. Améliorations apportées à un papier par le couchage .....	13
1.4.4. Le support de couche .....	13
1.4.5. Les charges .....	15
1.4.5.1. Forme et dimensions des particules .....	15
1.4.5.2. Dispersion des charges .....	17
1.5. CONCLUSIONS .....	18
1.6. METHODES DE PREPARATION DES KAOLINITES DANS L'INDUSTRIE PAPETIERE .....	19
1.6.1. Les procédés de préparation .....	19
1.6.2. Choix du procédé.....	19
2. LA KAOLINITE .....	21
2.1. FORME DE LA KAOLINITE .....	21
2.2. COMPOSITION CHIMIQUE .....	22

2.3. STRUCTURE .....	23
2.4. CAPACITE D'ECHANGE .....	23
2.5. CONDITIONS DE GISEMENT .....	27
2.6. DEUX PRINCIPAUX GISEMENTS DE KAOLINITE UTILISES DANS LE COUCHAGE DU PAPIER .....	28
3. LES KAOLINITES DE L'ETAT DE VICTORIA REPLACEES DANS LEUR CONTEXTE GEOLOGIQUE AUSTRALIEN .....	31
3.1. GEOLOGIE DE L'AUSTRALIE .....	31
3.1.1. Géographie de l'Australie .....	31
3.1.1.1. Situation et superficie .....	31
3.1.1.2. Relief .....	31
3.1.1.3. Hydrographie .....	33
3.1.1.4. Climat .....	33
3.1.1.5. Le Victoria .....	33
3.1.1.5.1. Généralités .....	33
3.1.1.5.2. Morphologie .....	34
3.1.2. Géologie de l'Australie .....	36
3.1.2.1. Introduction .....	36
3.1.2.2. Le Précambrien .....	36
3.1.2.2.1. Généralités .....	36
3.1.2.2.2. L'Archéen .....	36
3.1.2.2.3. Le Protérozoïque .....	33
3.1.2.3. Le Paléozoïque .....	39
3.1.2.3.1. Le Cambrien .....	40
3.1.2.3.2. L'Ordovicien .....	40
3.1.2.3.3. Le Silurien .....	41
3.1.2.3.4. Le Dévonien .....	41
3.1.2.3.5. Le Carbonifère .....	42
3.1.2.3.6. Le Permien .....	42
3.1.2.4. Le Mésozoïque .....	44
3.1.2.4.1. Le Trias .....	44
3.1.2.4.2. Le Jurassique .....	44
3.1.2.4.3. Le Crétacé .....	44
3.1.2.5. Le Cénozoïque .....	45
3.1.2.6. Le Quaternaire .....	46



3.1.3. Géologie du Victoria .....	47
3.1.3.1. Introduction .....	47
3.1.3.2. Le Cambrien .....	47
3.1.3.3. L'Ordovicien .....	47
3.1.3.4. Le Silurien, le Dévonien inférieur et moyen .....	49
3.1.3.5. Le Dévonien supérieur et le Carbonifère .....	49
3.1.3.6. Le Permien et le Trias .....	49
3.1.3.7. Le Jurassique et le Crétacé .....	49
3.1.3.8. Le Cénozoïque .....	50
3.1.3.9. Le Quaternaire .....	50
3.1.4. Evolution géomorphologique du Victoria .....	50
3.2. INTERET ECONOMIQUE DES ARGILES DU VICTORIA .....	51
3.2.1. Introduction .....	51
3.2.2. Argiles du Paléozoïque inférieur .....	53
3.2.2.1. Profil blanc kaolinisé .....	53
3.2.2.2. Profil latéritique avec une importante zone plastique tachetée .....	55
3.2.2.3. Zone à altération brune .....	55
3.2.3. Argiles d'origine mésozoïque .....	56
3.2.4. Argiles du Cénozoïque .....	56
3.2.4.1. Vallée alluviale du Cénozoïque inférieur .....	56
3.2.4.2. Dépôts de bassin d'eau douce du Cénozoïque inférieur	56
3.2.4.3. Argile d'eau douce du Cénozoïque supérieur .....	57
3.3. LES KAOLINITES DU VICTORIA ETUDIES .....	57
3.3.1. Généralités .....	58
3.3.2. Hallam .....	59
3.3.3. Lal Lal .....	63
3.3.4. Pittong .....	67
3.3.5. Bulla .....	69
3.3.6. Pyalong .....	70
3.3.7. Neerim .....	70
3.3.8. Echantillons industriels .....	71
3.3.9. Les forages .....	71
3.3.10. Conclusion .....	73

SECONDE PARTIE : EXPERIENCES ET RESULTATS

1. PREPARATION DES ECHANTILLONS .....	77
1.1. SEPARATION .....	77
1.1.1. Généralités .....	77
1.1.2. Séparation proprement dite .....	77
1.2. METHODE PIPETTE.....	79
1.3. CENTRIFUGEUSE .....	79
1.4. RESULTATS .....	79
1.5. CONCLUSION .....	81
2. LA VISCOSITE DE LA FRACTION ARGILEUSE .....	85
2.1. INTRODUCTION .....	85
2.2. NOTION DE VISCOSITE .....	86
2.3. EXPLICATIONS DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES DES SUSPENSIONS ARGILEUSES .....	91
2.3.1. Taille des particules .....	91
2.3.2. Forme des particules .....	92
2.3.3. Composition chimique et structure cristallographique	92
2.3.4. Dispersion électrochimique des particules .....	92
2.3.5. Structure de la surface de séparation entre particules et milieu de suspension .....	95
2.3.6. Stabilisation des dispersions en fonction des ions contenus dans le milieu .....	98
2.3.7. Relations entre le comportement rhéologique des parti- cules et leurs interactions .....	99
2.4. MESURE DE LA VISCOSITE .....	102
2.4.1. Appareillage .....	105
2.4.1.1. Description de l'appareil .....	105
2.4.1.2. Régulation de la température .....	105
2.4.2. Mesure de la viscosité proprement dite .....	105
2.4.3. Résultats .....	108
2.4.3.1. Hallam .....	111
2.4.3.2. Lal Lal .....	114
2.4.3.3. Pittong .....	116
2.4.3.4. Bulla .....	118
2.4.3.5. Pyalong .....	120

2.4.3.6. Kaolins utilisés dans l'industrie papetière .....	120
2.4.3.7. Conclusion à l'étude rhéologique de la fraction argileuse .....	120
2.5. TRAITEMENTS SPECIAUX POUR HALLAM TOP ET LAL LAL MIDDLE ..	124
2.6. CONCLUSION GENERALE .....	127
3. ANALYSE CHIMIQUE PAR FLUORESCENCE X .....	133
3.1. PRINCIPE .....	133
3.2. APPAREILLAGE .....	133
3.3. PREPARATION DES ECHANTILLONS .....	133
3.4. PRECISION DES MESURES .....	133
3.5. RESULTATS .....	135
3.6. CONCLUSION .....	139
4. ANALYSE DE LA FRACTION ARGILEUSE PAR DIFFRACTOMETRIE .....	143
4.1. INTERET DE L'ETUDE .....	143
4.2. MODIFICATIONS DES DIAGRAMMES DE RAYONS X DUES A DES DEFAUTS DE STRUCTURE .....	143
4.3. APPRECIATION DE LA CRISTALLINITE .....	145
4.4. MESURES AU DIFFRACTOMETRE .....	146
4.5. INTERPRETATION .....	148
4.6. CONCLUSION .....	152
5. ETUDE AUX MICROSCOPES DES CARACTERISTIQUES MORPHOLOGIQUES	163
5.1. MICROSCOPE OPTIQUE .....	163
5.1.1. Confection des lames minces .....	163
5.1.2. Etude des lames minces .....	163
5.2. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE .....	166
5.2.1. Différents types d'assemblage .....	166
5.2.2. Préparation des échantillons .....	168
5.2.3. Etude au microscope électronique .....	168
5.2.3.1. Hallam .....	168
5.2.3.2. Lal Lal .....	174
5.2.3.3. Pittong .....	174
5.3. CONCLUSION .....	177

6. SUR L'HYPOTHESE DE SILICE AMORPHE .....	179
6.1. METHODE CHIMIQUE A L'ACIDE PHOSPHORIQUE .....	179
6.1.1. Introduction .....	179
6.1.2. Historique .....	179
6.1.3. Principe .....	179
6.1.4. Expériences préliminaires .....	180
6.1.5. Préparation des échantillons .....	180
6.1.6. Calcul de la quantité de quartz .....	181
6.1.7. Résultats .....	181
6.1.8. Conclusion .....	183
6.2. LA SPECTROMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE .....	183
6.2.1. Définition .....	183
6.2.2. Principe et théorie .....	183
6.2.3. Appareillage .....	184
6.2.4. Possibilités de la méthode .....	185
6.2.5. Intérêt de l'emploi de la spectrométrie d'absorption atomique .....	186
6.2.6. Préparation des échantillons et des étalons .....	187
6.2.6.1. Préparation des échantillons .....	187
6.2.6.2. Préparation des étalons .....	188
6.2.7. Exécution des mesures .....	188
6.2.8.1. Etalons .....	188
6.2.8.2. Echantillons .....	189
6.2.9. Interprétation des résultats .....	191
6.3. ETUDE A LA MICROSONDE .....	191
6.3.1. Principe de la microsonde .....	191
6.3.2. Etude à la microsonde .....	191
CONCLUSION .....	195
BIBLIOGRAPHIE .....	197
ANNEXES .....	207

LISTE DES FIGURES

1° PARTIE

CHAPITRE I

- Fig. 1.1.- Les fibres du bois
- Fig. 1.2.- Schéma de la constitution chimique du bois
- Fig. 1.3.- Schéma de répartition des constituants chimiques du bois
- Fig. 1.4.- Schéma très simplifié d'un circuit pâte
- Fig. 1.5.- Schéma d'une machine à papier
- Fig. 1.6.- Coupe d'une feuille de papier couché
- Fig. 1.7.- Coucheuses à lame souple
- Fig. 1.8.- Coucheuse à lame d'air
- Fig. 1.9.- Coucheuse à lame métallique
- Fig. 1.10.- Etude de la blancheur de la couche
- Fig. 1.11.- Etude du brillant du papier couché

CHAPITRE II

- Fig. 1.12.- Structure de la kaolinite

CHAPITRE III

- Fig. 1.13.- Situation et superficie de l'Australie
- Fig. 1.14.- L'Etat de Victoria
- Fig. 1.15.- Géologie de l'Australie (*in* Encyclopaedia Universalis, 1970, vol. 2)
- Fig. 1.16.- Paléogéographie de l'Archéen
- Fig. 1.17.- Paléogéographie du Nullagien
- Fig. 1.18.- Paléogéographie du Carpentarien
- Fig. 1.19.- Paléogéographie de l'Adelaideen
- Fig. 1.20.- Reconstitution tectonique du Gondwana
- Fig. 1.21.- Paléogéographie du Cambrien
- Fig. 1.22.- Paléogéographie de l'Ordovicien
- Fig. 1.23.- Paléogéographie du Silurien
- Fig. 1.24.- Paléogéographie du Dévonien
- Fig. 1.25.- Paléogéographie du Carbonifère
- Fig. 1.26.- Paléogéographie du Permien
- Fig. 1.27.- La distribution des dépôts glaciaires permien en Australie
- Fig. 1.28.- Paléogéographie du Trias

- Fig. 1.29.- Paléogéographie du Jurassique
- Fig. 1.30.- Paléogéographie du Crétacé
- Fig. 1.31.- Paléogéographie du Tertiaire
- Fig. 1.32.- Séparation des continents indien, antarctique et australien depuis le Crétacé inférieur jusqu'à nos jours
- Fig. 1.33.- Géologie du Victoria
- Fig. 1.34.- Localisation des argiles d'Australie
- Fig. 1.35.- Extrait de la carte routière du Victoria
- Fig. 1.36.- Schéma de la carrière d'Hallam
- Fig. 1.37.- Schéma de la carrière de Lal Lal
- Fig. 1.38.- Schéma de la carrière de Pittong
- Fig. 1.39.- Schéma de la carrière de Bulla
- Fig. 1.40.- Schéma de la carrière de Pyalong
- Fig. 1.41.- Forages de la paroisse d'Eumemering (Hallam)
- Fig. 1.42.- Forages de la paroisse de Lal Lal

## 2° PARTIE

### CHAPITRE I

- Fig. 2.1.- Proportion de particules inférieures à 5 et 0,5 microns

### CHAPITRE II

- Fig. 2.2.- Définition de la force de cisaillement et de la vitesse de cisaillement
- Fig. 2.3.- Classification des fluides selon leurs propriétés rhéologiques
  - A. Courbes d'écoulement sans hystéresis
  - B. Courbes d'écoulement avec hystéresis
- Fig. 2.4.- Ecoulement plastique de Bingham
- Fig. 2.5.- Comportement d'un produit lorsque la contrainte de cisaillement cesse
- Fig. 2.6.- Energie potentielle d'interaction particule-particule
- Fig. 2.7.- Effet de la floculation sur le comportement rhéologique d'une suspension aqueuse
- Fig. 2.8.- Energie potentielle d'interaction particule-particule
- Fig. 2.9.- Structure de la surface de séparation entre particules et milieu de suspension
- Fig. 2.10.- Définition du point isoélectrique
- Fig. 2.11a.- Interactions électrostatiques
  - b.- Distribution des ions sur une particule chargée

- Fig. 2.12.- Dimension du film d'eau entre des particules de kaolin
- Fig. 2.13.- Quantité optimum de dispersant
- Fig. 2.14.- Courbe d'écoulement fonction de la structure en château de cartes
- Fig. 2.15.- Viscosimètre rotatif Brookfield
- Fig. 2.16.- Variation du pH et de la viscosité en fonction de la quantité de dispersant introduit
- Fig. 2.17.- Différents états du mélange eau - argile
- Fig. 2.18.- Schéma de la concentration en matière sèche des différents échantillons
- Fig. 2.19.- Rhéogrammes d'Hallam
- Fig. 2.20.- Schéma de la viscosité des échantillons à 10 tours/minute et 100 tours/minute
- Fig. 2.21.- Rhéogrammes d' Hallam bottom rouge
- Fig. 2.22.- Rhéogrammes de Lal Lal
- Fig. 2.23.- Rhéogramme de Lal Lal "stock pile"
- Fig. 2.24.- Rhéogrammes de Pittong
- Fig. 2.25.- Rhéogrammes de Bulla
- Fig. 2.26.- Rhéogrammes de Pyalong
- Fig. 2.27.- Rhéogrammes de kaolins utilisés dans l'industrie
- Fig. 2.28.- Schéma de la viscosité des échantillons
- Fig. 2.29.- Rhéogrammes du mélange Lal Lal-Hallam
- Fig. 2.30.- Rhéogrammes d'argile soumise aux ultrasons ou agitations

### CHAPITRE III

- Fig. 2.31.- Proportion de  $Fe_2O_3$  dans les échantillons argileux
- Fig. 2.32.- Proportions d'alcalins, de  $TiO_2$  et de  $SO_3$  dans les échantillons argileux
- Fig. 2.33.- Proportion de  $SiO_2/Al_2O_3$  comparée à la concentration solide des systèmes eau - argile étudiés.

### CHAPITRE IV

- Fig. 2.34.- Définition des tests de cristallinité sur les kaolinites
- Fig. 2.35.- Indices de cristallinité des kaolinites
- Fig. 2.36.- Relation entre le résultat au test 1 002 et le  $Fe_2O_3$  total

### CHAPITRE V

- Fig. 2.37.- Mode d'association des particules dans une suspension argileuse

### CHAPITRE VI

- Fig. 2.38.- Schéma illustrant l'absorption atomique
- Fig. 2.39.- Schéma de principe d'un appareil d'absorption atomique





## LISTE DES TABLEAUX

### 1° PARTIE

#### CHAPITRE I

- Tableau 1.1.- Ventilation des papiers couchés par secteur d'utilisation (1969)
- Tableau 1.2.- Différentes étapes de la fabrication du papier
- Tableau 1.3.- Tableau des charges

#### CHAPITRE II

- Tableau 1.4.- Coloration des argiles
- Tableau 1.5.- Capacités d'échange
- Tableau 1.6.- Analyse chimique des kaolinites de Georgie et de Cornouailles

#### CHAPITRE III

- Tableau 1.7.- Analyse chimique d'Hallam, Lal Lal, Pittong, Bulla
- Tableau 1.8.- Carottes de la paroisse d'Eumemmering (Hallam)
- Tableau 1.9.- Carottes de la paroisse de Lal Lal

### 2° PARTIE

#### CHAPITRE I

- Tableau 2.1.- Résultats de la séparation
- Tableau 2.2.- Pourcentage de particules inférieures ou égales à 5 microns
- Tableau 2.3.- Pourcentage de particules inférieures ou égales à 0,5 microns  
(obtenues par centrifugation)

#### CHAPITRE II

- Tableau 2.4.- Vitesses du rhéomètre
- Tableau 2.5.- Différents systèmes de mesure au viscosimètre
- Tableau 2.6.- Etude de la variation de la concentration en matière sèche et de la viscosité en fonction de la quantité de dispersant
- Tableau 2.6bis.- Concentration en matière sèche des différents échantillons
- Tableau 2.7.- Etude de la viscosité
- Tableau 2.8.- Valeurs de la vitesse de cisaillement pour le système de mesure C

- Tableau 2.9.- Valeur de la viscosité mesurée sur le rhéogramme  
Tableau 2.10.- Etude de la viscosité de 2 kaolinites  
Tableau 2.11.- Influence des agitations et des ultrasons sur les agrégats argileux  
Tableau 2.12.- Etude de la viscosité de kaolinites soumises à des ultrasons et des agitations

### CHAPITRE III

- Tableau 2.13.- Conditions expérimentales de l'analyse en fluorescence X (sur Siemens type SRS séquentiel)  
Tableau 2.14.- Analyse chimique en pourcentage de poids  
Tableau 2.15.- Analyse chimique normalisée à 100 % en poids sec  
Tableau 2.16.- Nombre d'ions correspondant à une formule structurale à 18 oxygènes  
Tableau 2.17.- Relation entre  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$  et la concentration en matière sèche des échantillons de kaolinite

### CHAPITRE IV

- Tableau 2.18.- Résultats des tests de cristallinité  
Tableau 2.19.- Résultats de l'étude au diffractomètre  
Tableau 2.20 (1 à 13).- Etude des raies de diffraction

### CHAPITRE V

- Tableau 2.21.- Liste des lames minces étudiées au microscope optique  
Tableau 2.22.- Analyse chimique de la lame 8154/H<sub>6</sub> (à l'EDAX)

### CHAPITRE VI

- Tableau 2.23.- Facteurs de correction pour la perte de quartz dans les analyses des mélanges quartz-silicates  
Tableau 2.24.- Calcul de la quantité de quartz  
Tableau 2.25.- Vitesse de combustion de diverses flammes  
Tableau 2.26.- Etalonnage pour la première série de mesures  
Tableau 2.27.- Etalonnage pour la seconde série de mesures  
Tableau 2.28.- Résultats de l'étude par spectrométrie d'absorption atomique (1ère série de mesures)  
Tableau 2.29.- Résultats de l'étude par spectrométrie d'absorption atomique (2è série de mesures)  
Tableau 2.30.- Résultats de l'étude par spectrométrie d'absorption atomique de kaolins  
Tableau 2.31.- Analyse chimique de la kaolinite (lame 8154/H<sub>6</sub>)

PLANCHES PHOTOGRAPHIQUES

1. Carrière d'Hallam
2. Panorama de la carrière de Lal Lal
3. Panorama de la carrière de Pittong
4. Carrière de Bulla et vue de l'ancienne voie de chemin de fer de Pyalong
5. Lame 8154/H6 au microscope optique et lame 8154/H au microscope optique
6. Fraction kaolinique d'Hallam inférieure à 5 microns et échantillon non séparé, observés au microscope électronique à balayage
7. Lame 8154/H6 observée au microscope électronique à balayage
8. Lame 8154/H6 observée au microscope électronique à balayage
9. Fraction kaolinique de Lal Lal inférieure à 5 microns et échantillon brut non séparé, observés au microscope électronique à balayage
10. Fraction kaolinique de Pittong inférieure à 5 microns et échantillon brut non séparé, observés au microscope électronique à balayage
11. Photographies X réalisées sur microsonde de la lame 8154/H6



## INTRODUCTION



## INTRODUCTION

The industrial mineral kaolin has many uses. It has favorable properties such as natural whiteness, fine particle size, non-abrasiveness, and chemical stability. Kaolinite is the proper name of the mineral about which this thesis is written, but in industrial terminology the mineral is known as kaolin.

A lot of deposits of kaolin are known in Victoria. These deposits are residual and occur in formations of Devonian and Ordovician ages.

In addition to the general properties already mentioned, the kaolins are soft, have low viscosity at high solids content in many systems, are readily wet and dispersed in water, and can be produced with a controlled particle size distribution.

The first property for the paper coating industry is that kaolins can be dispersed readily in water at 70 percent solids by weight and the resultant slurry used easily in coating machines. The paper products with kaolin have a better print, are whiter and smoother. Kaolin used as a filler in the interstices of the sheet adds ink receptivity and opacity to the paper sheet. Kaolin used to coat the surface of the paper sheet makes possible sharp photographic illustrations and bright printed colors. This coated paper is used for magazines, for instance.

Flow properties of kaolin clays, especially the kaolin coating clays used in the paper industry are very important because of their influence on coat weight, smoothness, texture and other qualities.

In the first part of this work, we explain the paper industry, define the kaolinite mineral and place the kaolin deposits of Victoria in their geological context.

To determine the relations between rheological properties physical and crystallochemical properties, some studies are carried out. The viscosity of clay-water system is studied on a rotational viscometer in order to classify the samples into suitable and not suitable to be used in coated paper.

By fluorescence X, we determine the chemical composition of the clay fraction. By X-ray diffraction we look for the structure and attempt to precise the cristallinity of the clay.

At the scanning, we determine the morphology of the clay particles. Finally, by chemical attacks, atomic absorption spectroscopy and microprobe we study the possibility of the presence of amorphous silica in kaolin presenting a high viscosity.

Then, we come to a conclusion on the suitability of the kaolin clays studied into the coated paper industry.



## INTRODUCTION

De par leurs propriétés chimiques, physiques et leurs qualités de non-abrasivité et de blancheur entre autres, les kaolins sont utilisés dans de nombreuses industries.

Dans la fabrication du papier, ils sont le plus souvent utilisés comme "charge de remplissage", c'est-à-dire incorporés dans la pâte à papier pour en augmenter la masse, l'opacité et la réceptivité aux encres; mais la charge de kaolin peut également être déposée à la surface du papier pour augmenter encore les qualités d'imprimabilité. On parle alors de papier couché. C'est cette utilisation des kaolins dans la fabrication du papier couché qui nous intéresse dans cette étude. Les ingénieurs du papier sont, en effet, très exigeants sur la qualité du kaolin qu'ils emploient pour fabriquer le papier couché et n'utilisent pratiquement que des kaolins de Georgie ou de Cornouailles qui nécessitent un transport long et coûteux pour nombre de pays alors que le plus souvent, ils sont riches en kaolin. C'est le cas de l'Australie où les gisements de kaolins de l'Etat de Victoria sont très nombreux mais ne sont pas exploités pour la fabrication du papier couché.

Mais qu'est-ce que le papier couché ? Quelles sont ses qualités ? Comment utilise t-on le kaolin dans la fabrication du papier ? Qu'est le kaolin ? Autant de questions auxquelles nous nous efforcerons de répondre dans la première partie de cet exposé.

Nous verrons ensuite l'étude de 6 gisements choisis en raison de leur proximité des grands centres industriels de Melbourne et de Ballarat; tous les kaolins étudiés sont dits résiduels et proviennent de l'altération météorique ou hydrothermale de roches granitiques d'âge paléozoïque.

Après avoir séparé la fraction argileuse des kaolins par des méthodes hydrauliques classiques, la viscosité du système eau-argile, qualité primordiale pour le couchage du papier, sera mesurée sur un viscosimètre rotatif à cylindres coaxiaux. Cette étude permettra de classer les échantillons argileux en bons ou inadaptés au couchage.

Les échantillons seront ensuite caractérisés par une étude chimique et physique menée au moyen de la fluorescence X, de la diffractométrie et de la microscopie électronique à balayage dans une tentative d'explication des variations de viscosité.

Des études par attaque chimique, spectrométrie d'absorption atomique et microsonde seront par ailleurs envisagées pour déterminer la possibilité de la présence de silice amorphe au sein de kaolins présentant une forte viscosité.

1<sup>ère</sup>  
- Partie

Cadre d'étude

# Chapitre 1

L'industrie du papier couché

## I. L'INDUSTRIE DU PAPIER COUCHE

L'industrie du papier couché s'est développée pour permettre une meilleure qualité des impressions (tableau 1.1.)

Avant de définir le papier couché, nous rappellerons ce qu'est un papier, en quoi consiste sa fabrication et ce qui nous amène à l'améliorer par différentes techniques, telle que celle du couchage.

### 1.1. DEFINITION DU PAPIER

Le papier est une feuille composée de fibres végétales de cellulose qui adhèrent les unes aux autres.

Des matières non fibreuses telles que charges, colorants, etc... peuvent être incorporées dans la masse fibreuse ou déposées sur la surface du papier pour lui conférer des qualités supplémentaires.

Le bois est pour 95 % la principale matière fibreuse utilisée en papeterie.

On distingue dans le bois plusieurs éléments. Les fibres (fig. 1.1, 2, 3) constituées de filaments, forment les tissus de soutien. Les vaisseaux qui permettent la circulation de la sève sont les tissus de conduction. Le parenchyme constitue les tissus de réserve.

Dans la fibre, on distingue trois corps : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine :

. la cellulose est le constituant du papier. C'est un polymère naturel, en longues chaînes linéaires, dont les macromolécules sont constituées par la répétition d'un même motif chimique (cellobiose).

Les chaînes sont associées en paquets, les fibrilles, qui sont agglomérées en fibres.

. Les hémicelluloses et la lignine doivent être détruites pour obtenir une pâte à papier blanchie, de qualité.

1. Presse périodique et assimilé couchés légers, modernes		270.000 tonnes
2. Edition du livre couchés modernes	32.000 t	37.000 tonnes
couchés classiques	5.000 t	
3. Edition publicitaire couchés modernes	82.000 t	110.000 tonnes
couchés classiques	20.000 t	
4. Imprimés intégrés couchés modernes	10.000 t	10.000 tonnes
5. Usage à fin d'emballage couchés modernes	20.000 t	42.000 tonnes
couchés classiques	22.000 t	

Tabl. 1.1.- Ventilation des papiers couchés par secteur d'utilisation (1969)  
(JAUSSAUD, 1974).

Addition d'eau	}	1° <u>Désintégration</u> des pâtes en milieu aqueux pour séparer toutes les fibres ou éléments de fibres
		2° <u>Trituration</u> , c'est-à-dire travail des fibres
		3° <u>Dilution</u> et <u>Epuration</u>
Elimination d'eau	}	4° " <u>Feutrage</u> " des fibres élémentaires et <u>Egouttage</u> de l'eau de dilution
		5° <u>Elimination de l'eau d'imprégnation</u> a) par des moyens peu coûteux b) par séchage à chaud
		6° <u>Apprêts physiques</u> ou (et) <u>chimiques</u> essentiels des papiers



Tabl. 1.2. .- Différentes étapes de la fabrication du papier  
(d'après J. VILARS 1961.)

# LES FIBRES

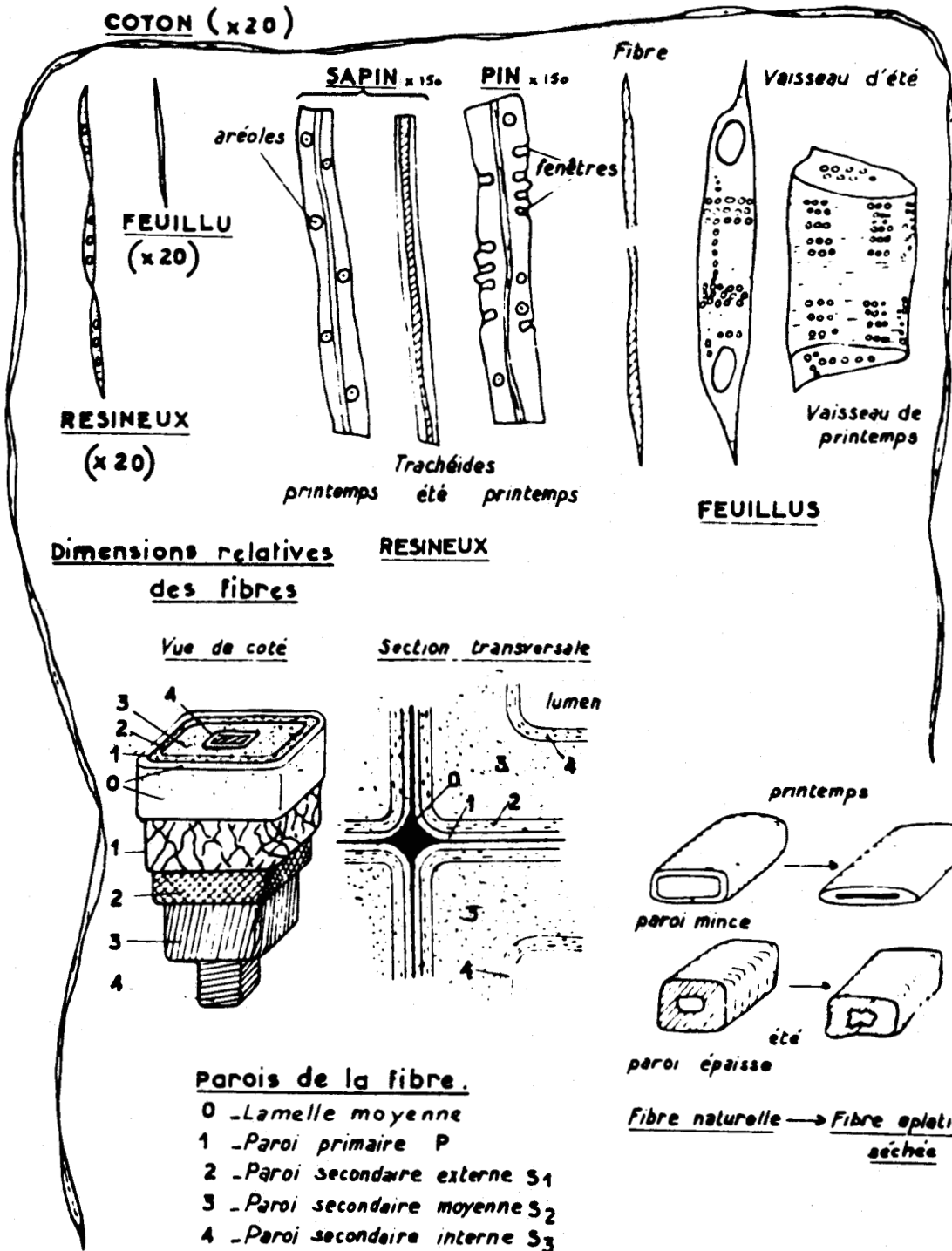


Fig. 1.1. (d'après J. VILARS 1961)

Schéma de la constitution  
chimique du bois

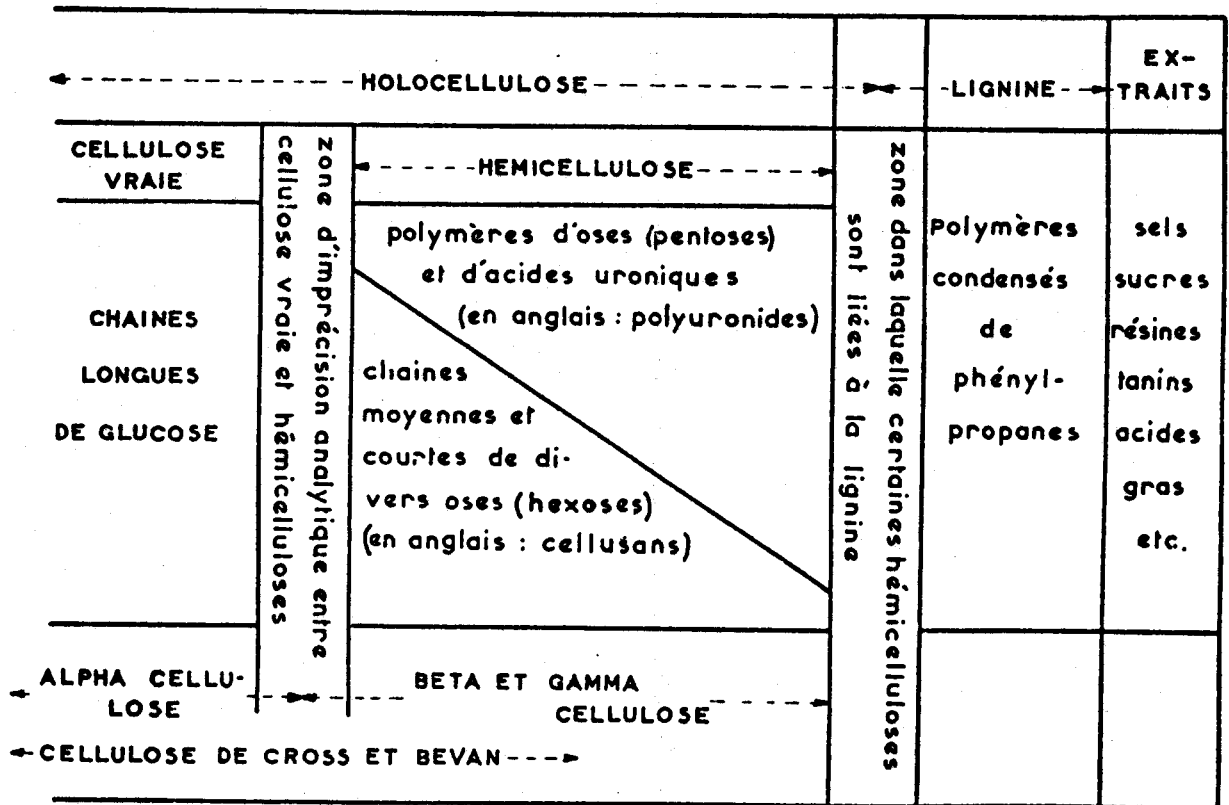


Fig. 1.2. (d'après J. VILARS 1961)

Le schéma de NORDMAN, WISE et RATLIF donne une idée des relations entre les trois constituants de la fibre.



## Schéma de répartition des constituants chimiques du bois

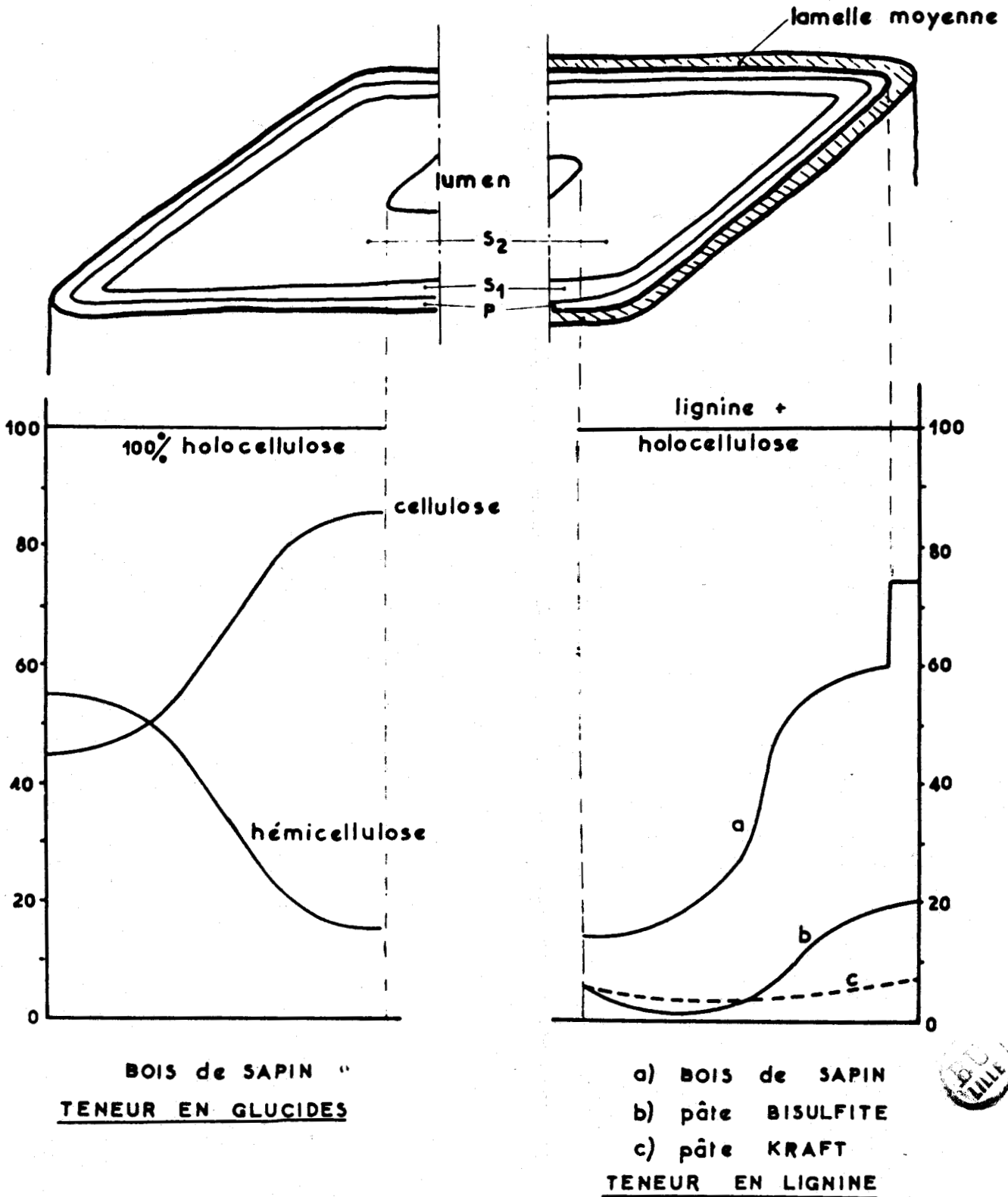
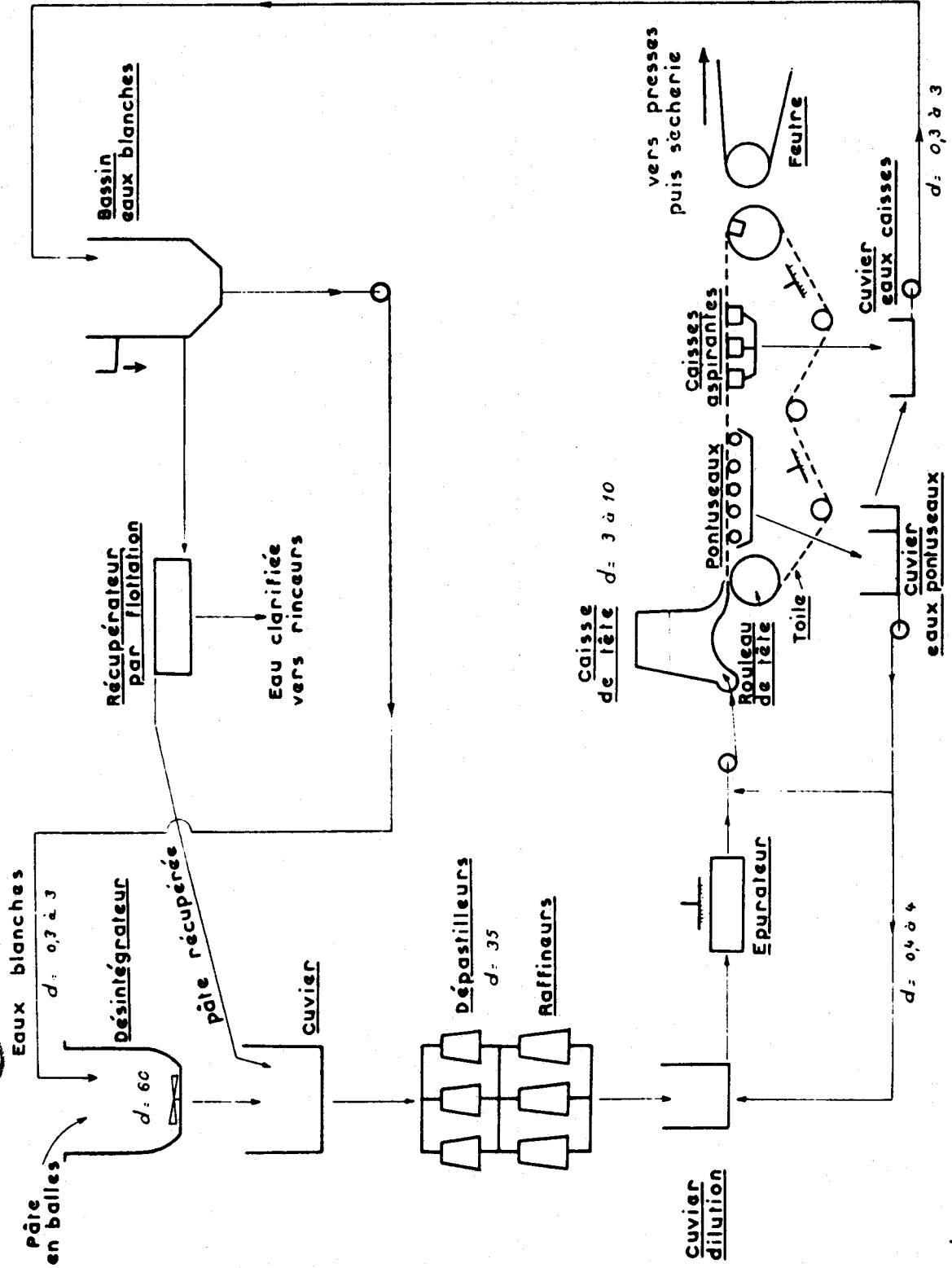


Fig. 1.3. (d'après J. VILARS 1961.)



- SCHEMA TRÈS SIMPLIFIÉ D'UN CIRCUIT PÂTE -



d = concentration de pâte en g/l

Fig. 1,4 (d'après J.Vilars, 1961)

## 1.2. LA FABRICATION DE LA PÂTE A PAPIER

Fabriquer de la pâte à papier, consiste à libérer les fibres du bois. La qualité de la pâte obtenue peut varier considérablement. Si elle n'est constituée que de cellulose, après une délignification chimique complète, c'est une pâte blanchie de grande qualité. Si, au contraire, elle est obtenue par un simple traitement mécanique, elle contient encore de la lignine, elle a donc une couleur bistre.

Il y a donc deux grandes catégories de pâte : les pâtes mécaniques et les pâtes chimiques.

Les pâtes mi-chimiques proviennent d'un traitement chimique partiel, suivi d'un traitement mécanique.

La couleur des pâtes mécaniques ou chimiques peut être améliorée par un traitement oxydant ou réducteur qui agit uniquement sur la matière colorante de la fibre. C'est le blanchiment des pâtes.

## 1.3. LA FABRICATION DU PAPIER (Tabl. 1.2 et fig. 1.4 ,5)

Il s'agit de former, à partir des fibres réduites en pâte, une feuille mince et résistante.

La pâte, suspension fibreuse, ne peut pas être admise telle quelle à la fabrication du papier. Elle doit subir (Tabl. 1.2) plusieurs opérations de raffinage. La désintégration menée à bien dans les usines à pâte est plus approfondie. Elle ne sert plus, dans ce cas, à isoler les fibres mais à en faire apparaître les fibrilles, constituants plus petits. La dilution doit être suffisante (quelques grammes par litre) pour permettre une entière liberté de mouvement aux fibrilles.

On intensifie le pouvoir d'adhésion naturel des fibres en modifiant leur état de surface (trituration) ou (et) en ajoutant des matières liantes (amidon, résines synthétiques etc...).

Lorsque le degré de raffinage est obtenu, la pâte peut être envoyée après épuration sur la machine à papier proprement dite.

La machine à papier rapproche intimement les fibrilles pour obtenir après élimination de l'eau, la feuille de papier.

Dès le début de la table de fabrication (fig. 1.4), c'est-à-dire dès la sortie de la caisse de tête, l'enchevêtrement ou feutrage se réalise.

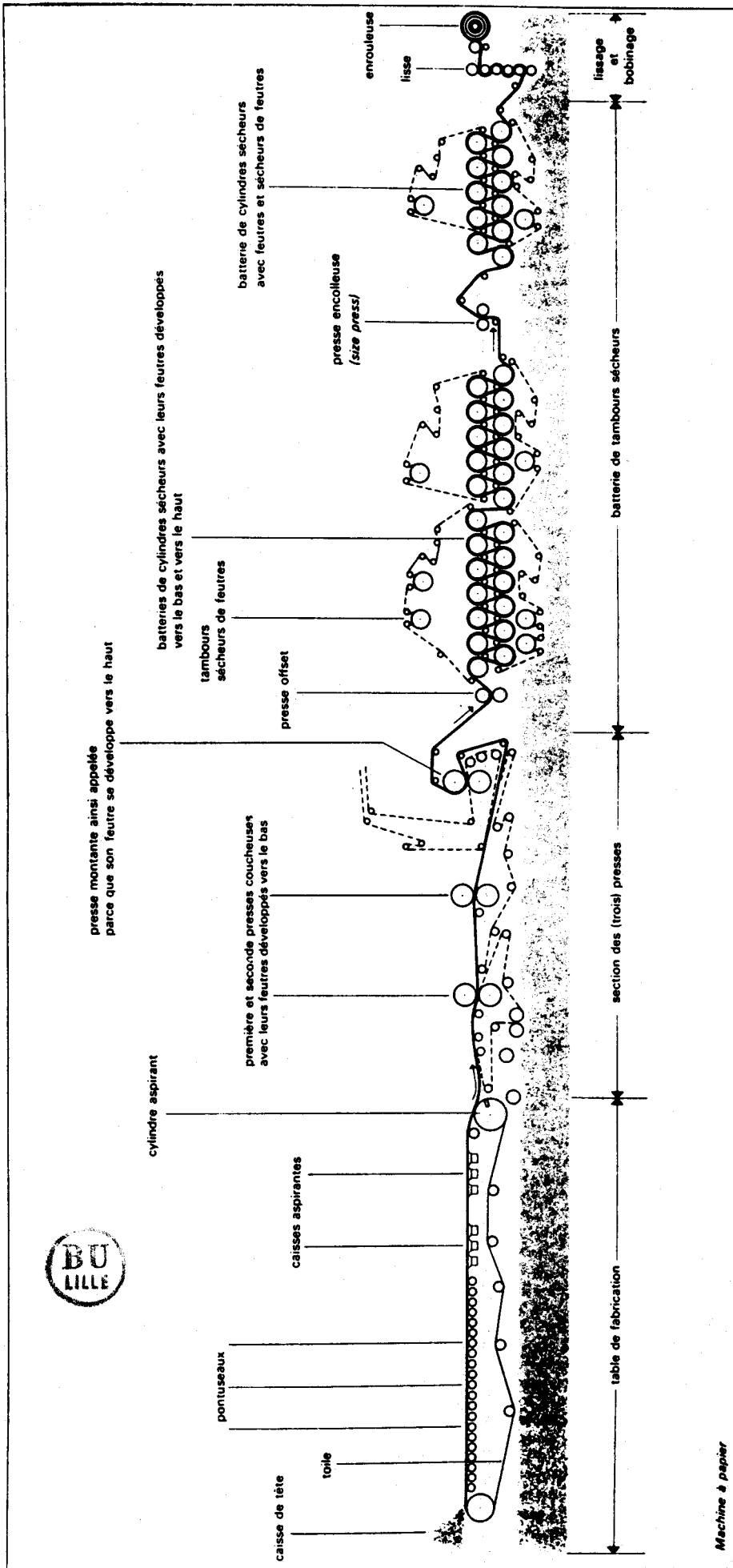


Fig. 1.5.-Machine à papier

(in Encyclopaedia Universalis, 1972, vol. 12)

A ce niveau, la majeure partie de l'eau de dilution est évacuée à travers la toile mécanique (fig. 1.5) qui retient les matières premières. Peu de temps après, les fibres, n'étant plus en suspension, s'immobilisent sur la toile, demeurent en contact les unes les autres, le papier est ainsi formé. L'eau excédentaire est éliminée par les presses et les tambours sécheurs.

A ce stade, le papier peut subir une espèce de repassage, exécutée sur des calandres. Le calandrage a pour but de satiner, c'est-à-dire de rendre plus lisse, le papier soumis à la pression de ce dispositif. Mais le calandrage ne suffit pas toujours à conférer à la surface du papier les qualités exigées par certains emplois. C'est pourquoi a été mise au point la technique du couchage.

#### 1.4. LE PAPIER COUCHE

##### 1.4.1. Définition d'un papier couché

Les papiers de bas prix, comme par exemple, le papier journal, ont une imprimabilité moyenne. L'impression se faisant sur des fibres de pâte mécanique plus ou moins fines, sur un papier marqué par la toile, les feutres ...

Pour améliorer l'imprimabilité, il faut affiner la surface du papier. Pour cela, on peut utiliser des charges minérales incorporées dans la masse du papier (*mineral fillers*). On peut aussi recouvrir la surface du papier d'un enduit qui bouchera l'essentiel de ses irrégularités. Le couchage du papier est donc l'enduction d'un papier avec une couche minérale.

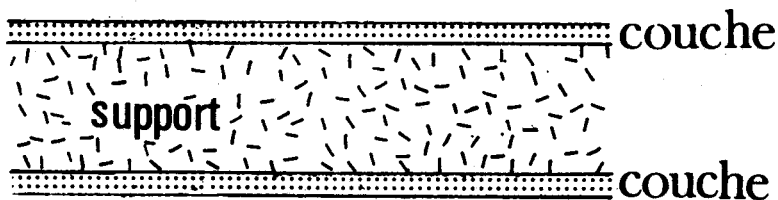


Fig. 1.6.- Coupe d'une feuille de papier couché

Le support fibreux est enserré dans les deux couches minérales;

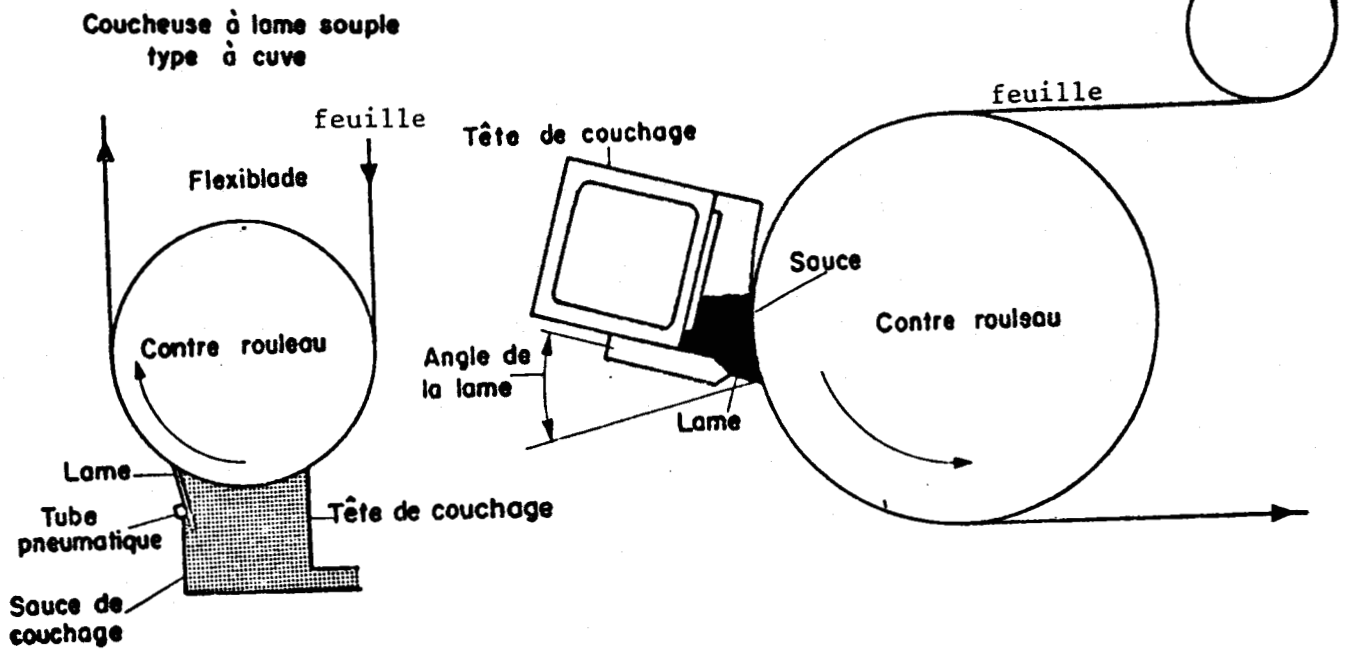


Fig. 1.7.- Coucheuses à lame souple

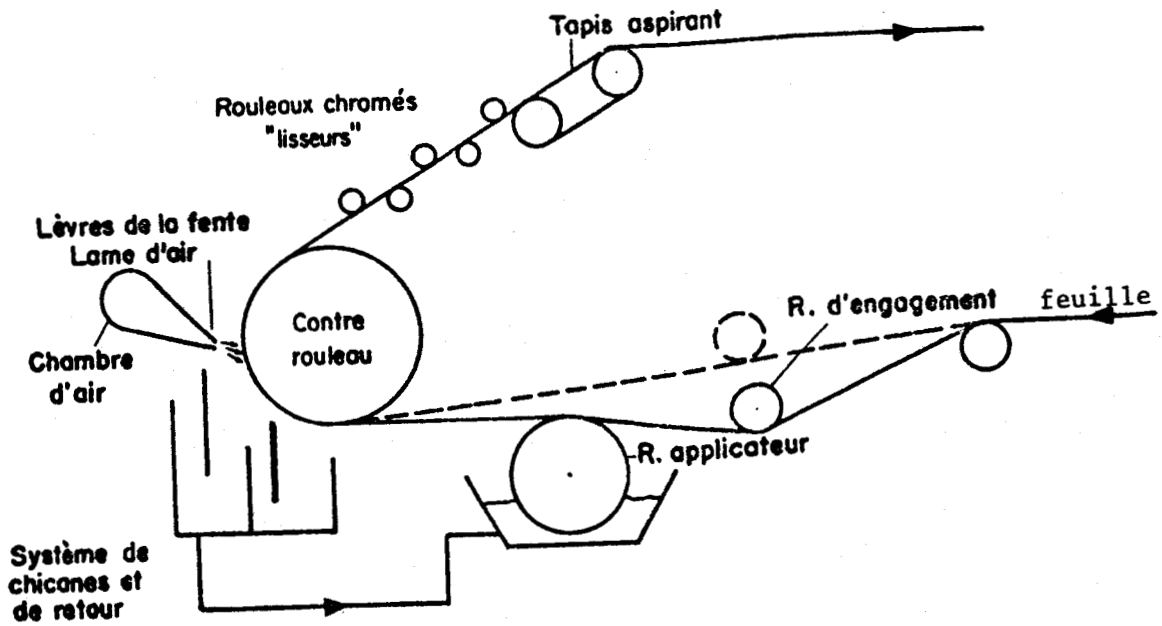


Fig. 1.8.- Coucheuse à lame d'air

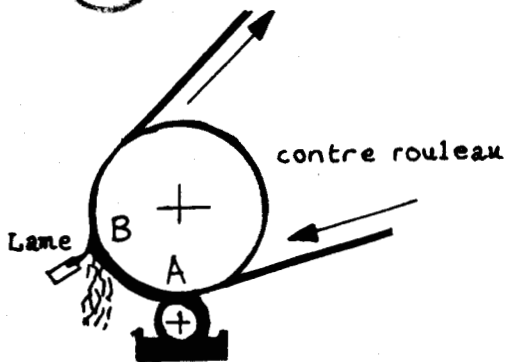


Fig. 1.9.- Coucheuse à lame métallique

En A : la feuille reçoit la sauce

De A à B : la sauce est en contact avec la feuille support

En B : une lame trainante dose et étale la sauce

Une feuille de papier couché est composée de deux éléments :

- 1) une feuille de papier appelée "feuille support" ou "support de couche";
- 2) au moins une couche de particules minérales finement divisées, déposée sur ce support pour en améliorer l'aspect (brillant, blancheur, opacité, toucher, etc...) et l'imprimabilité (uni de surface, brillant des encres, absorption de l'encre, etc...).

Les particules sont unies entre elles par un liant (caséine, amidon ou latex synthétique) convenablement dosé.

#### 1.4.2. Le couchage

Le couchage (fig. 1.7) s'effectue en phase aqueuse, dans des "coucheuses". Il comprend trois opérations : dépôt de la couche, égalisation de son épaisseur et séchage. La feuille de papier est appliquée contre un rouleau en rotation immergé partiellement dans la suspension et qui réalise le dépôt. L'égalisation de la couche est obtenue soit par l'intermédiaire d'une lame d'air (fig. 1.8), soit par une lame trainante appelée "râcle" (fig. 1.9) qui assure un dépôt plus fin et une vitesse plus grande. La troisième étape, le séchage, est réalisée par l'air chaud.

Le couchage fournit, après calandrage, une surface parfaitement lisse. Il substitue à la macroporosité naturelle du support une microporosité (l'espace entre les particules n'est que de quelques dixièmes de micron).

#### 1.4.3. Améliorations apportées à un papier par le couchage

L'impression, sur un papier couché, est plus précise car le couchage supprime les irrégularités de surface et empêche la diffusion de l'encre le long des fibres.

Les images sont plus contrastées et de meilleure qualité.

Lorsque le papier couché est satiné, on obtient des impressions très brillantes. Ce brillant n'a pas d'importance quant à l'imprimabilité, mais il attire le regard. Le papier couché, comme le carton couché, est donc un bon support publicitaire!

#### 1.4.4. Le support de couche

Cette feuille doit posséder certaines qualités pour être apte à recevoir la couche.

NOM	Formule approximative	Densité	Perte au feu %	Forme	Dimension moyenne	Rétention %	Dureté Mohr	Abrasion	Indice de réfrac (+)	Blancheur
Kaolin .....	$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$	2,4-2,7	12-14	Plateau hexagonal	1	34-42	2	10-35	1,56	70-90
Talc .....	$MgO \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O$	2,6-2,9	4-6	Plateau stratifié	3-5,5	54-49	1 à 1,5		1,57	70-90
(+)Carbonate chaux : naturel .....		2,7	38-42	aiguille ou cube	3-5		3		1,56	93
précipité .....	$CaCO_3$	2,7-3,0	38-42		0,2-0,5	22		9	1,56	95
Titane : anatase .....		3,9	0	octogonal	0,3	40	5-6	20	2,55	98
rutile .....	$TiO_2$	4,2	0	octogonal	0,35		6-7		2,70	98
(+) Blanc fixe .....	$BaSO_4$	4,4	0		0,5-2,0	44	3	0	1,64	98
Diatomées .....	$SiO_2$ , 80-90% $Al_2O_3$ , 3a7%	2,3	0		2-10	75			1,45	75-90
(+)Siliccate de calcium : naturel .....	$CaSiO_3$	2,9			2-20			11	1,47a 1,55	92-95
précipité .....	$CaO-3,3 SiO_2$	2,1			0,03					95
(+)Sulfite de calcium : précipité .....	$CaSO_3$	2,3		aiguille ou plat	6-7				1,58	92-96
Sulfate de calcium ..	$CaSO_4$	2,5	6-7	aiguille	6-7				1,57	92-96
Sulfure de zinc (instable.milieu acide) .....	Z nS	4,0	14-18		0,3					
Fibre de papier		1,5		fil plat ou rond.	1-1000 à 3000 $\phi$ 10 à 30				1,53	écru 60 bl.85-92

Tableau des charges 1.3. (d'après J. VILAS, 1961) (+) opacité conférée par la charge : d'autant meilleure que la différence d'indice de réfraction entre celle-ci et la fibre est élevée (dans un sens ou l'autre)

(+) Alcalin : pH 8



Le couchage diminue la solidité du papier parce que la couche formée presque exclusivement de charges minérales, a une faible solidité intrinsèque. Le support doit donc être solide.

La porosité, le lissé de la surface (une surface lisse prend moins de couche), la mouillabilité plus ou moins grande de la surface sont des qualités qui interviennent pour donner un support apte à recevoir la couche dans des conditions optimales.

Le support doit être propre :

- dans la masse, car la couche, sauf si elle est épaisse, ne dissimule pas les impuretés contenues dans le papier;
- en surface. Les impuretés de surface peuvent être recouvertes par la couche. Cependant, à l'endroit des impuretés, la couche adhèrera moins bien et pourra partir au moment de l'impression, créant des points blancs.

#### 1.4.5. Les charges

Les charges sont, pour le papier couché, les éléments constitutifs de la couche minérale. Elles améliorent les caractéristiques d'imprimabilité et de présentation.

Les minéraux constituant les charges peuvent être naturels comme la kaolinite ou manufacturés (ex. le dioxyde de titane) (Tabl. 1.3).

La charge idéale devrait posséder un certain nombre de qualités : blancheur maximale, opacité, propreté, absence de grains abrasifs, douceur, facilité de mise en suspension, prix de revient le plus bas possible, etc...

La kaolinite, qui présente un double intérêt économique et pratique, sera prise comme référence dans l'étude qui va suivre.

Les caractéristiques des charges sont souvent liées à la forme et à la dimension de leurs particules.

##### 1.4.5.1. Forme et dimension des particules

Suivant la forme des particules, les charges ont un pouvoir couvrant plus ou moins bon. Les particules de kaolinite, formées de prismes hexagonaux aplatis, auront un pouvoir couvrant supérieur à celles du carbonate de chaux qui peut se présenter sous la forme d'aiguilles.

L'étude de la blancheur de deux couches réalisées à partir de kaolinite dont la blancheur est 85° et de carbonate de chaux (blancheur 92°) le démontre.

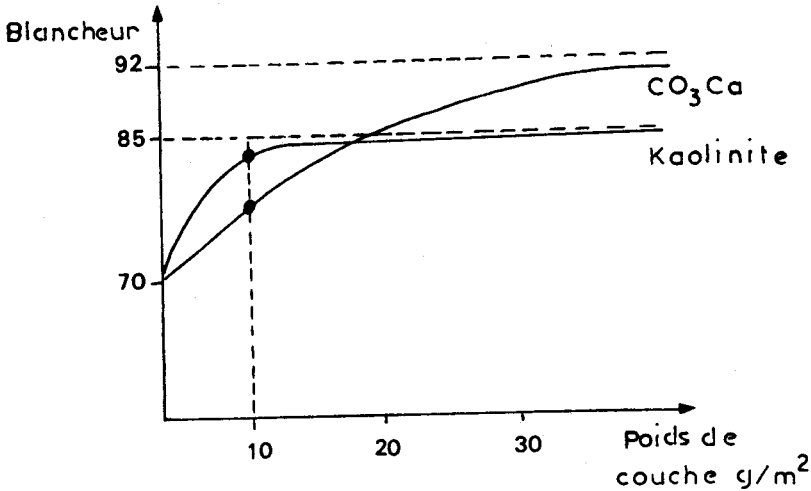


Fig. 1.10.- (d'après Jaussaud, 1974.)  
Etude de la blancheur de la couche

En utilisant, sur un support de blancheur 70°, une couche suffisamment épaisse, on peut atteindre une blancheur de 92° avec le carbonate de chaux et une blancheur de 85° avec la kaolinite.

Mais si nous nous contentons d'une faible épaisseur (10 g/m<sup>2</sup>), ce qui est préférable pour la solidité de l'ensemble, le papier couché avec la kaolinite sera plus blanc et ceci à cause de son grand pouvoir couvrant.

Les propriétés d'écoulement des charges, propriétés que nous reverrons plus loin, peuvent être, de même, influencées par la forme des cristaux.

Certaines propriétés optiques des couches, telles que l'opacité, le brillant, la blancheur, dépendent de la taille des particules. Elles augmentent avec la finesse de celles-ci. D'autres phénomènes, tels que la présence d'impuretés (fer par exemple) pour la blancheur influencent aussi ces propriétés.

La dimension des particules influe aussi sur les caractéristiques d'imprimabilité du papier. Plus la charge sera fine, moins la couche sera poreuse au véhicule de l'encre car les interstices entre les particules seront plus petits, et plus l'impression sera brillante.

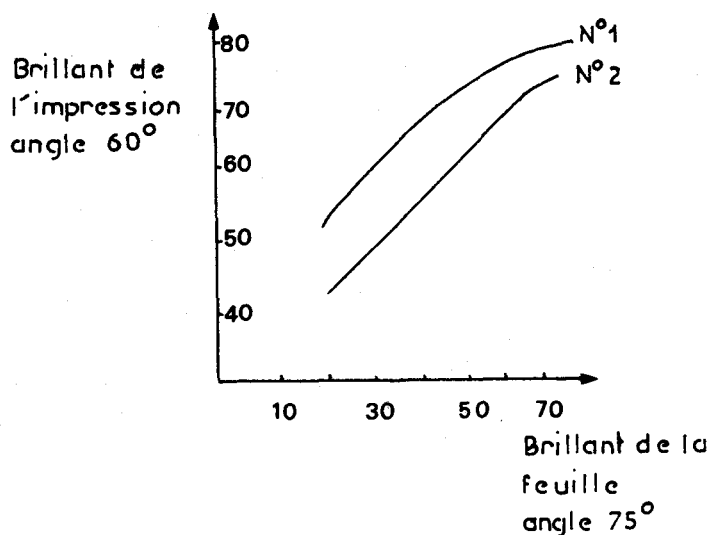


Fig.1.11  
Etude du  
brillant du  
papier couché  
(d'après  
JAUSSAUD 1974)

Sur la figure ci-dessus, nous voyons qu'un accroissement du brillant de la feuille accroît le brillant de l'impression. Mais pour un degré de brillant donné du papier, le brillant de l'impression sera d'autant plus grand que l'on utilisera des fractions plus fines de kaolinite.

La connaissance de la granulométrie de la charge est donc essentielle lors de l'étude des propriétés. Nous nous intéresserons, dans nos études ultérieures, aux particules de 5 et 0,5 microns.

#### 1.4.5.2. Dispersion des charges

Pour réaliser un bon couchage, une très bonne dispersion des charges dans la "sauce" est indispensable.

En effet, certaines charges comme par exemple le carbonate de calcium, difficiles à disperser, produisent des anomalies dans les "sauces de couchage". Il est donc important de connaître l'état de dispersion dans lequel sera la charge lors de son utilisation.

La première phase de préparation de la sauce de couchage consiste à disperser la charge dans l'eau, c'est-à-dire à isoler chaque particule dans le liquide. La charge reste à l'état de poudre tant que la quantité d'eau introduite est inférieure au volume des vides. Lorsque l'eau est en excès, les particules peuvent se mouvoir. On a atteint l'état fluide. A l'état pâteux, étape intermédiaire, les particules se touchent encore mais le volume des vides est exactement égal au volume de l'eau. La quantité d'eau introduite dans une poudre sèche permet donc de définir

l'état dans lequel se trouve cette matière. Nous pouvons définir cet état par le rapport :

$$\frac{\text{volume de solides}}{\text{volume de solides} + \text{volume de liquide}}$$

qu'on appelle "concentration en volume". La mesure de ce rapport est précise mais n'est utilisée qu'en laboratoire.

Dans l'industrie, on lui préfère la mesure de viscosité.

La mesure de viscosité est employée en couchage d'une part pour connaître la dispersion des charges, d'autre part pour apprécier la qualité de la sauce de couchage et son aptitude à passer sur un certain type de machine à coucher. Nous étudierons en détail la viscosité dans la seconde partie de l'exposé.

La dispersion mécanique étant réalisée, les agrégats cassés, les particules dispersées, il faut que ces dernières soient dans des conditions chimiques telles qu'elles se tiennent éloignées les unes des autres et ne se réagglomèrent pas sous forme de floculats. Pour cela, l'emploi d'agents dispersants appropriés est courant. Ces dispersants maintiennent non seulement l'état de dispersion mais l'augmentent et par là diminuent la viscosité. Ces phénomènes de dispersion électrochimique des particules seront étudiés ultérieurement.

#### 1.5. CONCLUSIONS

La kaolinite est actuellement la charge la plus employée pour le couchage du papier. Elle est abondante, son prix est compétitif, son emploi est facile car elle se disperse bien, ses propriétés physiques et chimiques sont intéressantes et surtout elle confère au papier un excellent état de surface et une bonne imprimabilité.

Avant de définir cette kaolinite et nous attacher à ses propriétés déterminantes pour le couchage, nous allons voir les techniques de préparation des kaolinites dans l'industrie du papier.

## 1.6. METHODES DE PREPARATION DES KAOLINITES DANS L'INDUSTRIE PAPETIERE

### 1.6.1. Les procédés de préparation

Les kaolinites subissent un traitement d'épuration avant d'être utilisées. Deux procédés d'épuration existent, par voie sèche et par voie humide, cette dernière étant la plus utilisée.

#### . Voie sèche

Ce procédé simple et peu coûteux de broyage et séchage ne convient guère à la préparation des kaolinites de couchage. En effet, par ce procédé les caractéristiques des kaolinites reflètent celles de la matière d'origine. Ces kaolinites sont donc rarement utilisables telles quelles pour le couchage.

#### . Voie humide

Contrairement au procédé par voie sèche, le procédé par voie humide permet d'obtenir des kaolinites aux caractéristiques physiques et chimiques déterminées à l'avance.

Les particules sont séparées les unes des autres par agitation vigoureuse dans l'eau à laquelle on ajoute des agents défloculants. Un classement hydraulique de la suspension de kaolinite est ensuite effectué soit dans les bassins de décantation successifs, soit dans des centrifugeuses. On commence par éliminer la silice, le mica, les impuretés lourdes, puis on essaie d'obtenir un produit de granulométrie déterminée.

La kaolinite peut ensuite subir un traitement de blanchiment (élimination du fer, le plus souvent). Par différents procédés (ex. atomisage), elle est, pour terminer, transformée en poudre.

### 1.6.2. Choix du procédé

#### . les kaolinites de remplissage (kaolinite fillers)

Le choix du procédé de préparation, voie sèche ou humide, n'est qu'une question de coût. Les qualités telles que l'éclat, la distribution de la taille des particules, la viscosité ne sont pas essentielles pour l'utilisation des argiles de masses.

• les kaolinites de couchage (kaolinites as coating pigment)

On utilise le procédé par voie humide pour produire les kaolinites de couchage.

Elles peuvent être chimiquement blanchies.

Nous le verrons, les propriétés rhéologiques sont extrêmement importantes. En effet, les mélanges eau-argile doivent être assez fluides pour passer au travers de tamis relativement fins et ces propriétés de fluidité permettent l'étalement de la sauce de couchage dans les machines de couchage à grande vitesse.

## Chapitre 2

La viscosité de la fraction  
argileuse

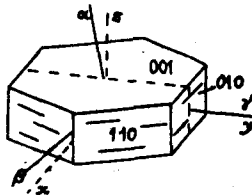
## 2. LA KAOLINITE

Nous venons de voir l'importance de la kaolinite en tant que charge. Il faut maintenant la définir en s'attachant aux caractéristiques utiles pour son emploi dans le couchage.

Dans l'industrie papetière, la distinction entre kaolinite et kaolin n'est pas toujours bien définie. Pour nous, le kaolin<sup>+</sup> sera la roche argileuse blanche ou presque blanche, friable et contenant au moins 50 % de kaolinite. La kaolinite est un minéral argileux appartenant au groupe des phyllosilicates,

### 2.1. FORME DE LA KAOLINITE

Les cristaux de kaolinite ont une forme régulière. Ils se présentent sous forme de plaquettes hexagonales dont les dimensions varient entre 0,5 et 3,5 microns. Ils peuvent exceptionnellement atteindre des tailles de l'ordre du millimètre.



Les cristallites de kaolinite peuvent former des agrégats. Ils se réunissent alors en association face - face en formant des "livres", en association bord-face pour constituer des "châteaux de cartes" ou encore en association bord-bord.

L'altération du minéral se traduit par une exfoliation des feuillets, une corrosion ou encore par des déformations comme par exemple des élongations.

Les dimensions et la forme aplatie confèrent à la kaolinite des propriétés intéressantes dans le couchage du papier. Nous avons vu le pouvoir couvrant, les propriétés optiques. Nous verrons, en détail, ultérieurement, les propriétés rhéologiques.

---

+ Le mot kaolin (du chinois Kaoling proprement "colline élevée") est le nom du lieu, près de Jau Chau Fu, où l'on extrayait le kaolin.



2.2. COMPOSITION CHIMIQUE

La kaolinite a pour formule générale  $Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$ . La composition chimique théorique exprimée en oxydes est 46,54 % de  $SiO_2$ , 39,50 % de  $Al_2O_3$  et 13,96 % d' $H_2O$ . On constate la présence, en quantité négligeable, de  $Fe_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $CaO$ ,  $Na_2O$ ,  $K_2O$ ,  $BaO$ , etc...

Cette composition est relativement stable, mais on peut parfois observer des substitutions de l'aluminium par d'autres constituants, le fer en particulier.

Des impuretés incluses ou non dans le réseau de la kaolinite existent aussi. Elles modifient la couleur idéale blanche de la kaolinite. Le tableau suivant donne une idée des couleurs acquises.

Colorations	Eléments					
	Mn	Fe	Cr	C	Cu	Ni
violet	Mn <sub>2</sub>		Cr <sub>2</sub>			
bleu		Fe <sub>2</sub>			Cu <sub>2</sub>	
vert		Fe <sub>2</sub> Fe <sub>3</sub>	Cr <sub>3</sub>			Ni
jaune		Fe <sub>3</sub>				
rouge	Mn <sub>2</sub> Mn <sub>3</sub>	Fe <sub>3</sub>		Co		

Tabl. I.4.- Coloration des argiles  
(d'après ORCEL, GAILLIERE, KRAUT, 1957)

La présence de  $Fe_2O_3$  par exemple, colore en jaune ou rouge la kaolinite. La dose de  $Fe_2O_3$  tolérée dans le couchage ne doit pas être supérieure à 0,5 % en masse.

2.3. STRUCTURE

La kaolinite est caractérisée par l'association de deux couches, l'une dite tétraédrique de composition  $\text{Si}_4\text{O}_{10}^{-4}$ , l'autre octaédrique de composition  $(\text{OH})_6 - \text{Al}_4(\text{OH})_2\text{O}_4$  (fig. 1.12). La couche tétraédrique est ainsi nommée parce qu'elle est le résultat de l'association dans un plan de tétraèdres de base  $\text{SiO}_4$  qui mettent en commun leurs oxygènes. Le silicium partage ses 4 charges positives avec les 4 oxygènes des sommets.

La couche octaédrique correspond à l'association dans un plan d'octaèdres dont les 6 sommets sont occupés par des atomes d'oxygènes ou des hydroxyles et le centre par un aluminium. En associant une couche tétraédrique siliceuse à une couche octaédrique alumineuse, on obtient un feuillet. L'empilement régulier des feuillets définit la kaolinite. La périodicité de cet empilement est d'environ 7 angströms.

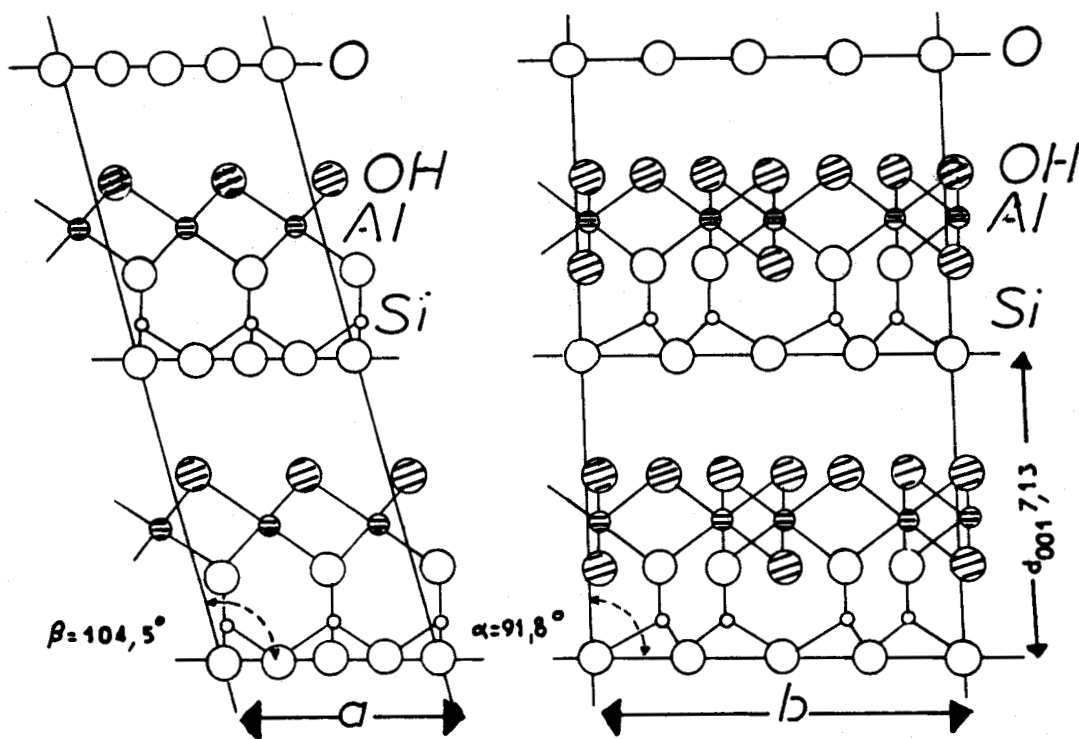


Fig. 1.12.- Structure de la kaolinite;  
projections sur les plans (010)  
et (100) (d'après BRINDLEY, in DEER, HOWIE,  
ZUSSMANN, 1966)

La kaolinite est triclinique avec  $a=5,15$ ,  
 $b=8,25$ ,  $c=7,39$  Å et  $\alpha=91,3^\circ$ ,  $\beta=104,5-105,0^\circ$  et  
 $\gamma=90^\circ$ .

Un cristal de kaolinite ne consiste pas en un feuillet composite mais plutôt à un très grand nombre de tels feuillets, qui peuvent ressembler à un "livre" dont chaque page représenterait un simple feuillet.

Une liaison assez rigide des feuillets est obtenue par l'intervention des ions hydrogènes. Si nous admettons que chaque ion intervient par sa charge, il exerce une influence sur tous les ions qui l'entourent.

La particule, situé à la surface du feuillet de kaolinite, se trouve en contact avec les oxygènes de la couche tétraédrique du feuillet suivant. Il subit l'attraction des oxygènes des deux couches.

La liaison par l'ion hydrogène est d'autant plus stable que les contacts sont plus étroits. Les feuillets empilés peuvent glisser les uns sur les autres, parallèlement à l'axe b, donnant des kaolinites désordonnées. Entre les feuillets se placent divers cations (K, Na, Ca).

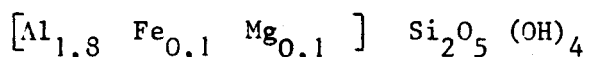
#### 2.4. CAPACITE D'ECHANGE

Les kaolinites présentent une capacité d'échange cationique (c.e.c) faible par rapport aux autres minéraux argileux (Tableau 1.5), les ions substituants étant H, Ca, Mg, Na et K.

Pour DEER, HOWIE et ZUSSMAN (1966), la c.e.c. vaut 10 meq/100g, pour WORRALL (1975) 2 à 5 meq/100g et pour CAILLERE *et al* (1982) 3 à 15 meq/100g. Les effets de bord et de surface étant prédominants pour les échanges, la c.e.c. augmente avec la diminution de la taille des particules. De nombreux auteurs dont WORRALL, ont mis en évidence une relation linéaire entre la c.e.c. et la surface spécifique pour les kaolinites bien cristallisées.

Les cations sont localisés sur les bords plutôt qu'entre les feuillets de kaolinite. Cependant, il a été observé (DEER, HOWIE et ZUSSMAN, 1966) une augmentation de la c.e.c avec la présence de substitution de  $\text{Si}^4$  par  $\text{Al}^4$ .

Les kaolinites désordonnées présentent une c.e.c. plus élevée de l'ordre de 30 à 40 meq/100g, grâce à des substitutions. En effet, ces kaolinites présentent un léger désordre généralement attribué à des déplacements des feuillets unitaires le long de l'axe b. WORRALL (1975) indique que ces kaolinites montrent un déficit en aluminium qui peut être compensé par des traces de magnésium et parfois de fer. Une formule typique de kaolinite désordonnée est :



Le remplacement d'une partie de l'Al trivalent par Mg aboutit à un déficit de charge positive qui est compensé par d'autres cations, probablement  $Ca^{2+}$ .  $Ca^{2+}$  peut, par la suite, être échangé par d'autres cations. Il est possible que ce phénomène soit à l'origine de la grande c.e.c. des kaolinites désordonnées.

WORRALL explique, par ailleurs, que les kaolinites désordonnées forment des cristaux plus petits que les kaolinites ordonnées, ceci pouvant être le résultat de substitutions et donc de distorsion qui inhiberait la croissance du cristal durant sa formation.

Si la kaolinite présente une faible capacité d'échange cationique par rapport aux autres minéraux argileux (cf. Tableau 1.5), sa capacité d'échange anionique est élevée (6,6 à 20,2 meq/100g).

DEER, HOWIE et ZUSSMAN (1966) attribuent cette capacité à la présence d'ions  $(OH)^-$  remplaçables à l'extérieur des feuillets. Ils expliquent que les sols kaoliniques peuvent adsorber des anions comme le phosphate et le fluor. WORRALL (1975) montre par des travaux ultérieurs que ces fixations de phosphate et de fluor peuvent être causées par des réactions chimiques avec le fer contenu dans les sols et non par des adsorptions de l'argile.

Minéraux	Capacité d'échange cationique meq/100g	Capacité d'échange anionique meq/100g
Kaolinite	3-15	6,6 - 20,2
Halloysite 2H <sub>2</sub> O	5-10	-
Halloysite 4H <sub>2</sub> O	40-50	-
Montmorillonite	80-150	23-31 20 (GRIM, 1963)
Illite	10-40	-
Vermiculite	100-150	4
Chlorite	10-40	-
Sépiolite	20-30	-
Saponite		21
Nontronite		12-20
Beidellite		21

Tableau 1.5. - Capacités d'échange (CAILLERE, HENIN,  
RAUTUREAU, 1982)

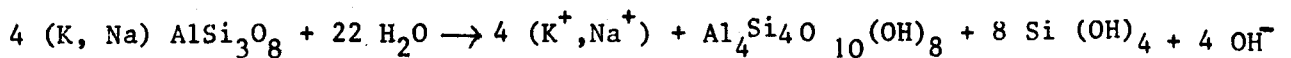


### 2.5. CONDITIONS DE GISEMENT

La kaolinite se forme soit à la surface de la lithosphère par altération météorique de formations sédimentaires, soit sous l'influence de venues hydrothermales profondes par transformation en masse de roches cristallines, métamorphiques ou volcaniques.

Sa formation est sous la dépendance de deux facteurs, d'une part la nature de la roche mère, d'autre part les conditions de drainage. Elle apparaît dans des milieux hydratés où  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$  et  $\text{Na}^+$  sont en faible proportion car entraînés par la silice qui a tendance à se dissoudre et à migrer par drainage profond. Ce lessivage de la silice étant cependant incomplet, parce que la roche mère est très riche en silice (ex. : granite) et (ou) parce que le drainage est insuffisant, il favorise la recombinaison de la silice et de l'alumine donc la formation de kaolinite.

La kaolinisation à partir d'un feldspath potassique présente une réaction de ce type :



F<sub>KNa</sub>

La kaolinite est le plus souvent fréquente dans les roches sédimentaires argileuses résiduelles ou détritiques. D'un point de vue économique, les roches argileuses résiduelles sont à priori plus intéressantes. En effet, dans ce cas, les produits résultant de l'altération de la roche-mère n'ont pas été transportés. A l'opposé, les argiles sédimentaires ont été déplacées de leur lieu d'origine par les agents naturels et ont pu retenir de nombreuses impuretés (très fines et difficiles à supprimer) durant leur transport.

Il ressort de l'étude des conditions de gisement de la kaolinite que deux phénomènes intéressants sont à souligner, à savoir le climat et les conditions locales (pente, qualité de la roche mère).

2.6. DEUX PRINCIPAUX GISEMENTS DE KAOLINITE UTILISEE DANS LE COUCHAGE DU PAPIER

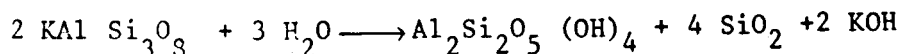
Les kaolinites les plus utilisées dans le monde pour le couchage du papier proviennent des gisements situés en Georgie (U.S.A.) et en Cornouailles (Grande Bretagne).

En effet, elles possèdent comme qualités la blancheur, la non-abrasivité et une faible viscosité.

La kaolinite de Georgie, bien que sédimentaire, est presque pure, et ne possède pas de minéraux abrasifs, comme la silice. Elle a été transportée par l'eau et s'est déposée par décantation le long de la côte de l'Océan Atlantique. Elle est, par ailleurs, très bien cristallisée, blanche et très fine. Nous l'utiliserons souvent comme référence lors de nos études expérimentales.

La kaolinite de Cornouailles est résiduelle. La kaolinisation forme de la kaolinite, de la séricite et du quartz aux dépens des feldspaths. Avant de l'utiliser, il est nécessaire d'éliminer le quartz et le mica de la roche-mère qui peuvent exister dans une proportion allant jusqu'à 80 %.

Les agents hypogéniques responsables de l'altération du granite sont des sources très chaudes et des gaz contenant du bore et de la fluorine qui, remontant au travers des fissures du granite, décomposent celui-ci. La réaction chimique est la suivante :



L'analyse chimique de ces deux kaolinites reportée dans le tableau ci-dessous montre que les kaolinites de Georgie sont plus riches en aluminium et ont un taux de silice bas. Les kaolinites de Cornouailles ont une teneur en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  à la limite admise par le couchage.

<u>Origine</u>	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{TiO}_2$	$\text{H}_2\text{O}$ combinée
Georgie	45,26	38,99	0,27	1,35	13,90
Cornouailles	46,77	37,79	0,55	0,02	12,13

Tableau 1.6.- Analyse chimique

Ces deux gisements sont les plus importants, d'une part pour la qualité des kaolinites nécessitant peu de traitements avant leur utilisation dans le couchage et d'autre part, pour les réserves qui assurent une certaine sécurité d'approvisionnement pour de nombreuses années à venir.

Cependant, dès à présent, chaque pays cherche à réduire ses importations et à trouver des gisements équivalents à ceux de Georgie et de Cornouailles ou à valoriser les gisements connus.

Nous avons étudié les argiles du Victoria nombreuses et différentes quant à leur origine, leur minéralogie et leurs propriétés. Avant d'aborder l'étude proprement dite, nous resituerons l'Etat de Victoria dans la géologie australienne.



## Chapitre 3

Les kaolinites de l'Etat de Victoria,  
replacées dans leur contexte géologique

### 3. LES KAOLINITES DE L'ETAT DE VICTORIA REPLACEES DANS LEUR CONTEXTE GEOLOGIQUE AUSTRALIEN

#### 3.1. GEOLOGIE DE L'AUSTRALIE

Cette partie de notre travail est, bien évidemment, plus particulièrement destinée aux lecteurs français.

##### 3.1.1. Géographie de l'Australie

###### 3.1.1.1. Situation et superficie (fig. 1.13)

L'Australie est considérée comme le plus petit des continents ou la plus grande île du monde avec une superficie de 7.682.300 km<sup>2</sup> soit quatorze fois la France.

Elle est située dans l'hémisphère austral, au Sud-Est de l'Asie. Elle est comprise entre 10° et 40° de latitude Sud et 110° et 155° de longitude Est. Elle est baignée par les océans Pacifique et Indien.

C'est une fédération comprenant sept états (fig.1.13) qui sont, par ordre de grandeur : l'Australie Occidentale (*Western Australia*) d'environ 256.000 km<sup>2</sup> (Capitale : *Perth*), le Queensland d'environ 1.727.000 km<sup>2</sup> (Capitale : *Brisbane*), Le Territoire du Nord (*Northern Territory*) d'environ 1346.000 km<sup>2</sup> (Capitale : *Darwin*), l'Australie Méridionale (*South Australia*) d'environ 984.000 km<sup>2</sup> (Capitale : *Adélaïde*), la Nouvelle Galles du Sud (*New South Wales*) d'environ 802.000 km<sup>2</sup> (Capitale : *Sydney*), le Victoria d'environ 228.000 km<sup>2</sup> (Capitale : *Melbourne*), l'île de Tasmanie (*Tasmania*) d'environ 68.000 km<sup>2</sup> (Capitale : *Hobart*), et par un territoire à statut particulier : le Territoire de la Capitale australienne *Canberra* (A-C-T) d'environ 2000 km<sup>2</sup>.

###### 3.1.1.2. Relief

D'une altitude moyenne de 210 mètres, l'Australie est le plus plat des continents. C'est un continent massif, de forme quadrangulaire à indentations peu nombreuses.

Il est formé de :

- à l'Ouest, un plateau aride d'altitude moyenne de 300 mètres, constituant les trois-quarts de la masse continentale;
- une vaste dépression, située au centre, ne dépassant guère 150 mètres et pouvant même parfois s'abaisser au-dessous du niveau de la mer;

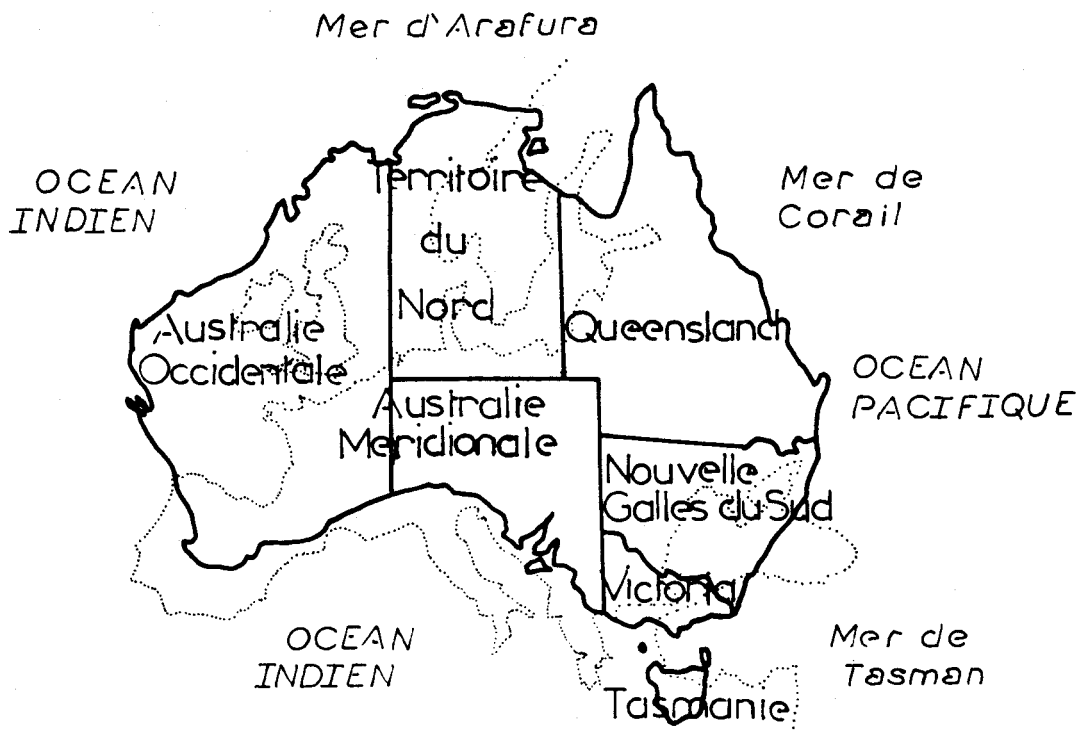


Fig.1.13-Situation et superficie de l'Australie.

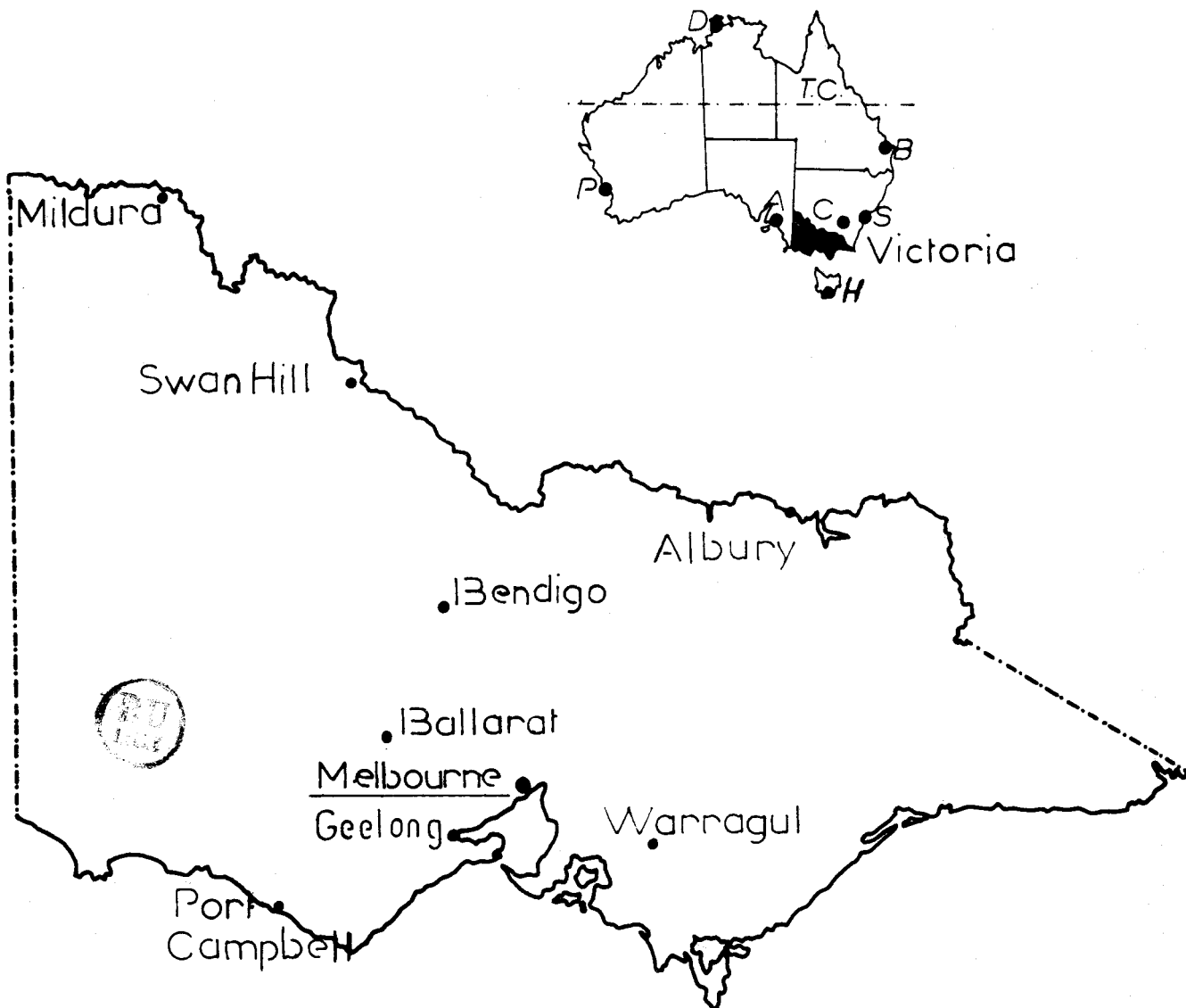


Fig.1.14-L'Etat de Victoria.

- parallèlement à la côte orientale, une chaîne de hauts plateaux qui s'étend du Nord au Sud : la grande Cordillère ou *Great Dividing Range* dont l'altitude moyenne n'excède guère 1000 mètres. Le mont le plus élevé est le Mont Kosciusko atteignant 2228 mètres et situé dans les Alpes australes dans le Sud-Est du pays.

### 3.1.1.3. Hydrographie

L'Australie dispose de maigres ressources hydrauliques pour sa taille. La pluviosité est faible et l'évaporation intense. Faute d'un relief accidenté, il lui manque un véritable réseau fluvial pour arroser l'intérieur du pays. La principal bassin fluvial est celui du *Murray*.

### 3.1.1.4. Climat

Le climat est chaud dans l'ensemble. Environ 40 % du territoire australien sont situés en zone tropicale (Tropique du Capricorne). Les pluies tropicales tombent dans la zone Nord en été; au Sud, il pleut surtout en hiver. Au Sud-Ouest, dans la région de Perth et dans la région d'Adélaïde, le climat est de type méditerranéen, alors qu'au Sud-Est et en Tasmanie, il est tempéré.

Les températures moyennes de juillet, au milieu de l'hiver austral, vont de 24°C au Nord à 10°C au Sud alors qu'en été, elles varient de 29°C dans le Nord à 18°C dans le Sud pour le mois de janvier.

### 3.1.1.5. Le Victoria

Notre travail se situant dans le Victoria, nous nous attacherons à étudier cet état plus en détail.

#### 3.1.1.5.1. Généralités (fig.1.14)

L'état du Victoria forme une espèce de triangle à l'extrémité Sud-Est du pays. Il est séparé de la Tasmanie par le détroit de Bass, de la Nouvelle Galles du Sud, au Nord, par le cours du Murray et il jouxte l'Australie Méridionale à l'Ouest.

Il est baigné par l'océan Indien et le détroit de Bass.

Il couvre une superficie de 227.618 km<sup>2</sup>. La capitale de cet état du Victoria, Melbourne, est peuplée d'environ 2.717.600 habitants. Les villes principales sont : Ballarat, Bendigo et Geelong. Le climat du Victoria est tempéré, mais de désastreuses sécheresses peuvent survenir dans ses plaines de l'Ouest provoquant des incendies spectaculaires comme par exemple celui de 1983.

Comme sur tout le continent australien, la flore est constituée presque exclusivement d'eucalyptus et d'acacias (plus de 600 essences). Elle présente, par ailleurs, des "fleurs sauvages". On appelle ainsi, en Australie, le tapis de fleurs qui apparaît après chaque pluie importante.

En ce qui concerne la faune, bien représentée dans le Victoria, rappelons que l'Australie possède une centaine de mammifères placentaires, plus de 100 marsupiaux dont le koala et quelques rares monotrèmes, tels l'ornithorynque et l'échidné que l'on trouve principalement dans le Victoria. De plus, presque toutes les variétés d'oiseaux existent en Australie. Dans le Victoria, on trouve plus particulièrement l'émeu, l'oiseau-lyre, le kookaburra et le cygne noir souvent considéré comme symbole.

Les cultures du Victoria sont variées (fruits, vignobles, horticulture). L'élevage est très important (deuxième état producteur de laine d'Australie et premier producteur pour les viandes d'agneau et de mouton et pour l'élevage laitier). Les industries manufacturières sont en grande partie agricoles.

Jusqu'en 1960, le minerai essentiellement extrait fut l'or. L'extraction du charbon est en pleine expansion. La production de "Browncoal" augmente considérablement; cette lignite se trouve principalement dans la vallée de Latrobe avec des réserves estimées à 66.700 millions de tonnes dont 12.200 millions de tonnes sont considérées comme économiquement exploitables.

Du gaz naturel et du pétrole ont été découverts en 1965 dans le détroit de Bass.

#### 3.1.1.5.2. Morphologie

Le relief est assez varié. C'est une des régions les plus accidentées d'Australie. Les Alpes australes, partie méridionale de la Grande Cordillère, sont couvertes de neige une grande partie de l'hiver et permettent aux sportifs de s'adonner aux joies du ski. Elles comptent plusieurs sommets dépassant 1800 mètres.

Des plaines à l'Ouest de l'Etat rejoignent le bassin du Murray.

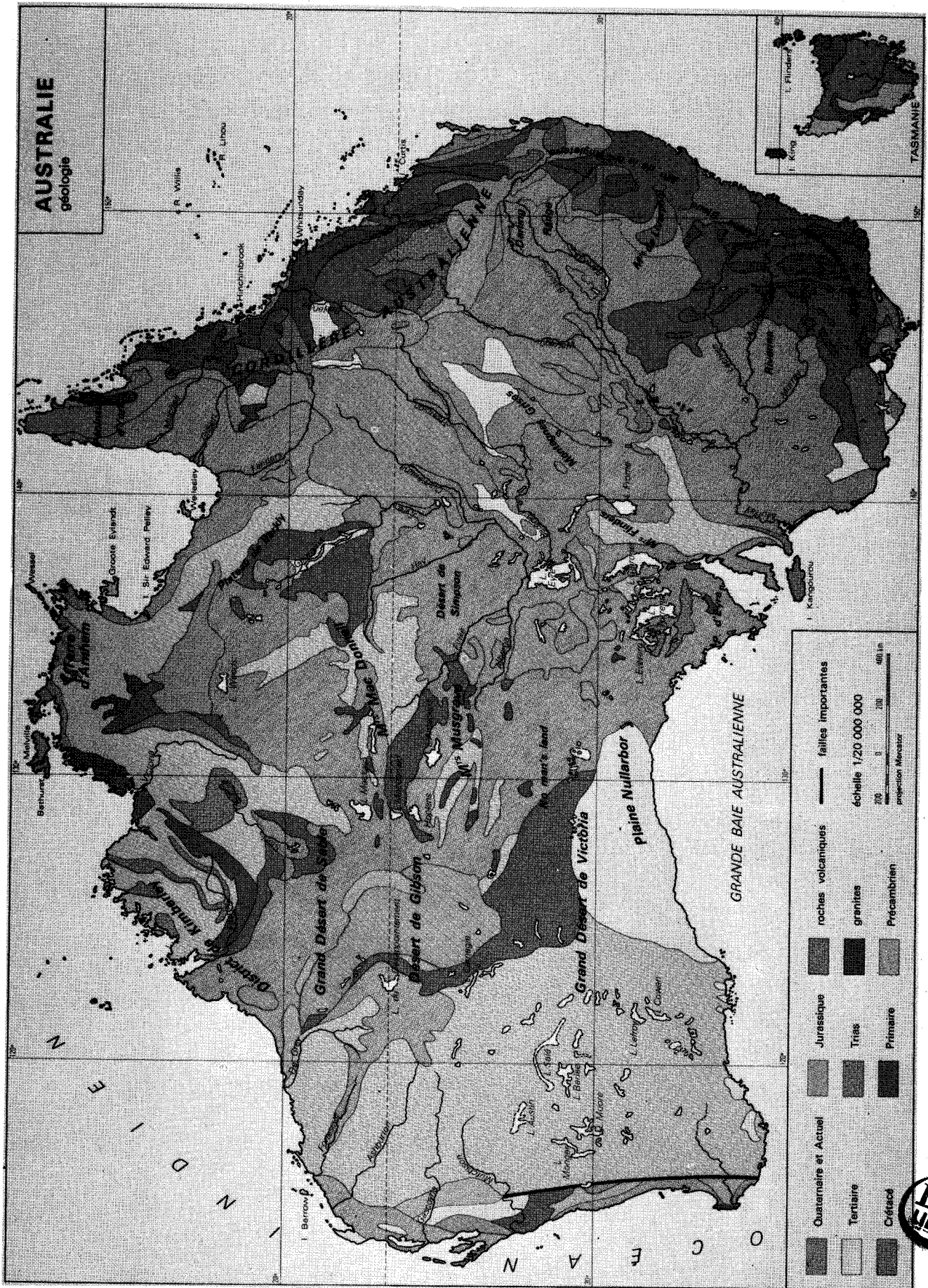


Fig. 1.15 - Géologie de l'Australie



### 3.1.2. Géologie de l'Australie (fig. 1.15)

#### 3.1.2.1. Introduction

L'Australie est essentiellement formée d'un bouclier antécambrien bordé à l'Est de terrains plus jeunes, intensément plissés lors des phases tectoniques des orogènes d'âges calédonien et hercynien. Après les phases tardi-hercyniennes, la période qui suit est relativement stable. Seuls des réajustements eustatiques négatifs permettent à la mer de transgresser les bords du continent par petits cycles successifs.

#### 3.1.2.2. Le Précambrien

##### 3.1.2.2.1. Généralités

Le Précambrien affleure sur le tiers du continent australien mais il est inconnu dans le Victoria. Il est subdivisé en deux grandes parties qui sont l'Archéen et le Protérozoïque.

La plus grande partie de l'histoire géologique australienne se situe durant cette période. En consultant les cartes paléogéographiques (fig. 1.16 à 19) on peut se rendre compte de l'extension de la sédimentation marine durant chaque période du Précambrien.

##### 3.1.2.2.2. L'Archéen (fig. 1.16)

Il est caractérisé par des terrains fortement métamorphisés dans le Sud-Ouest et le centre du continent.

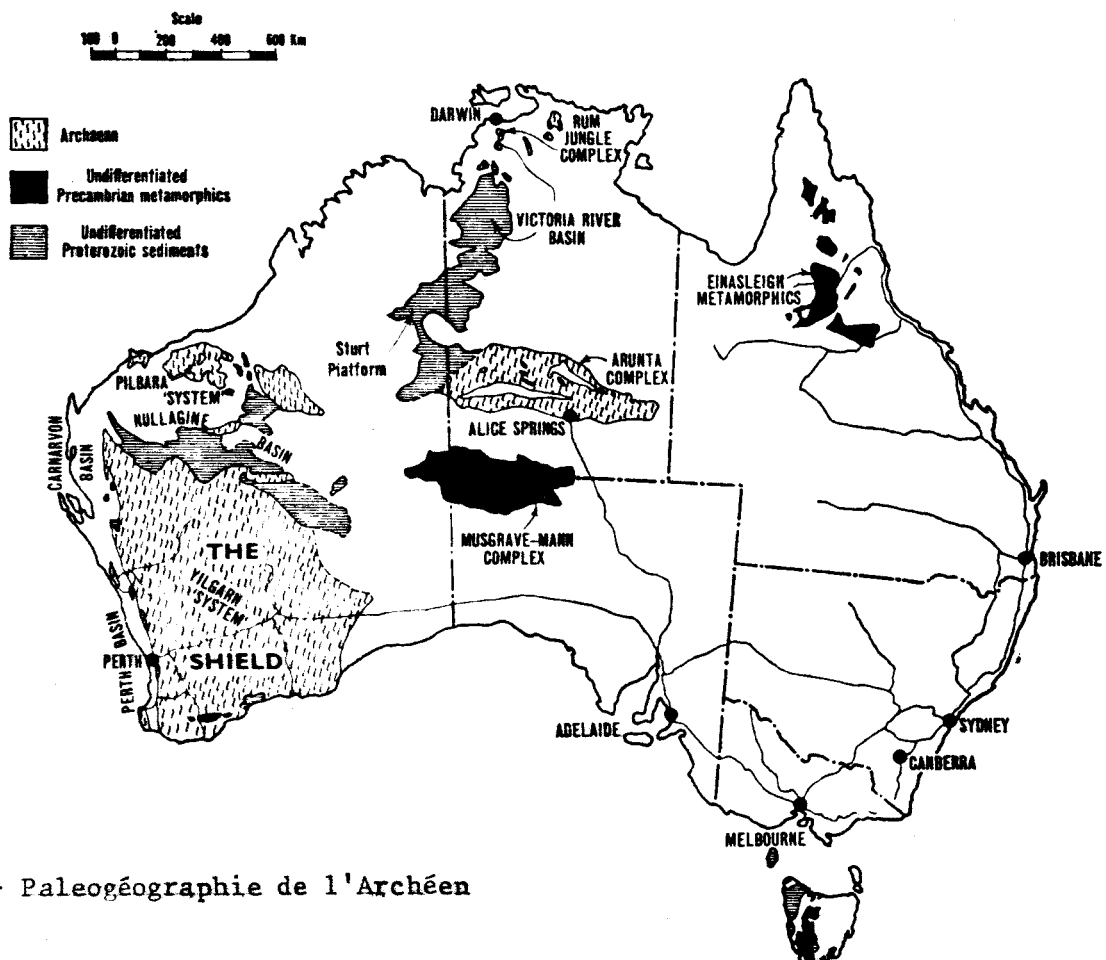


Fig. 1.16.- Paleogéographie de l'Archéen

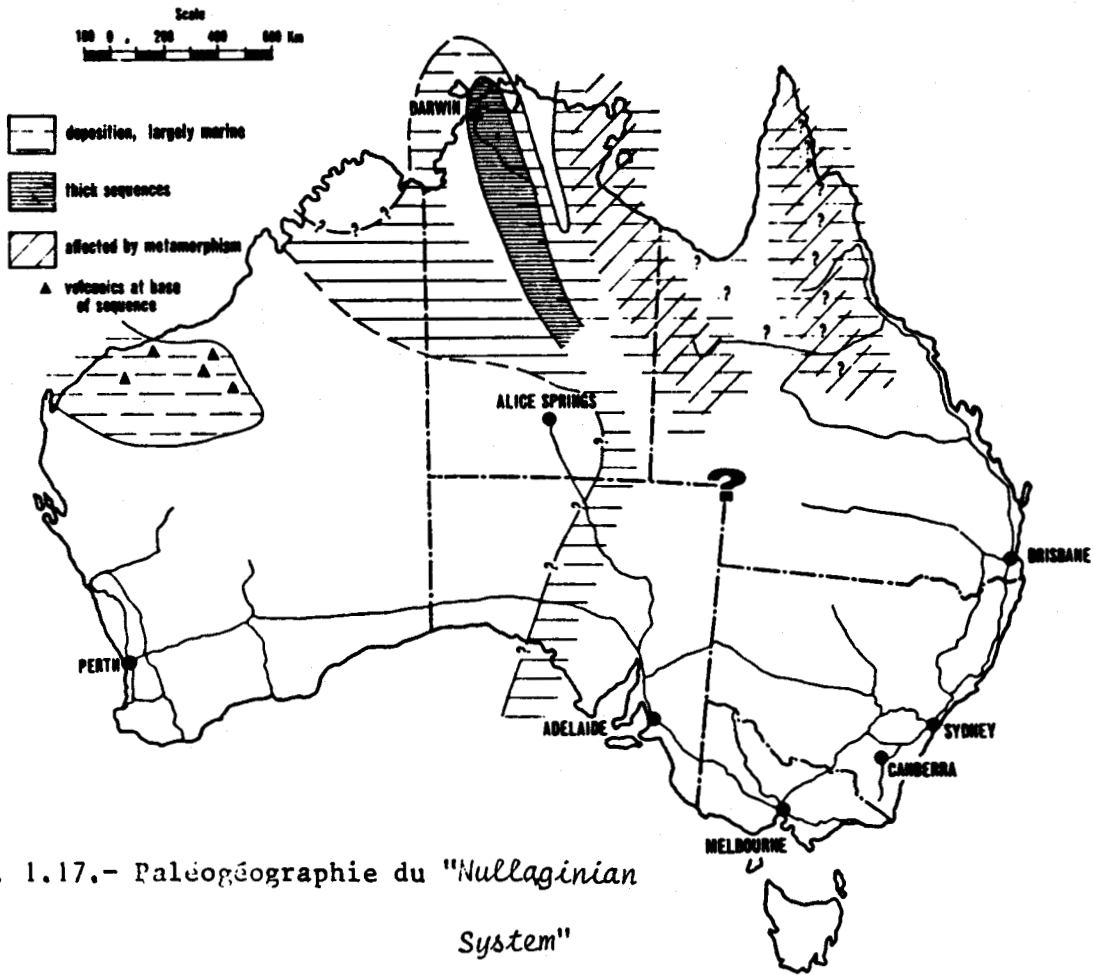


Fig. 1.17.- Paléogéographie du "Nullaginan System"

(d'après Brown, Campbell, Crook, 1968)

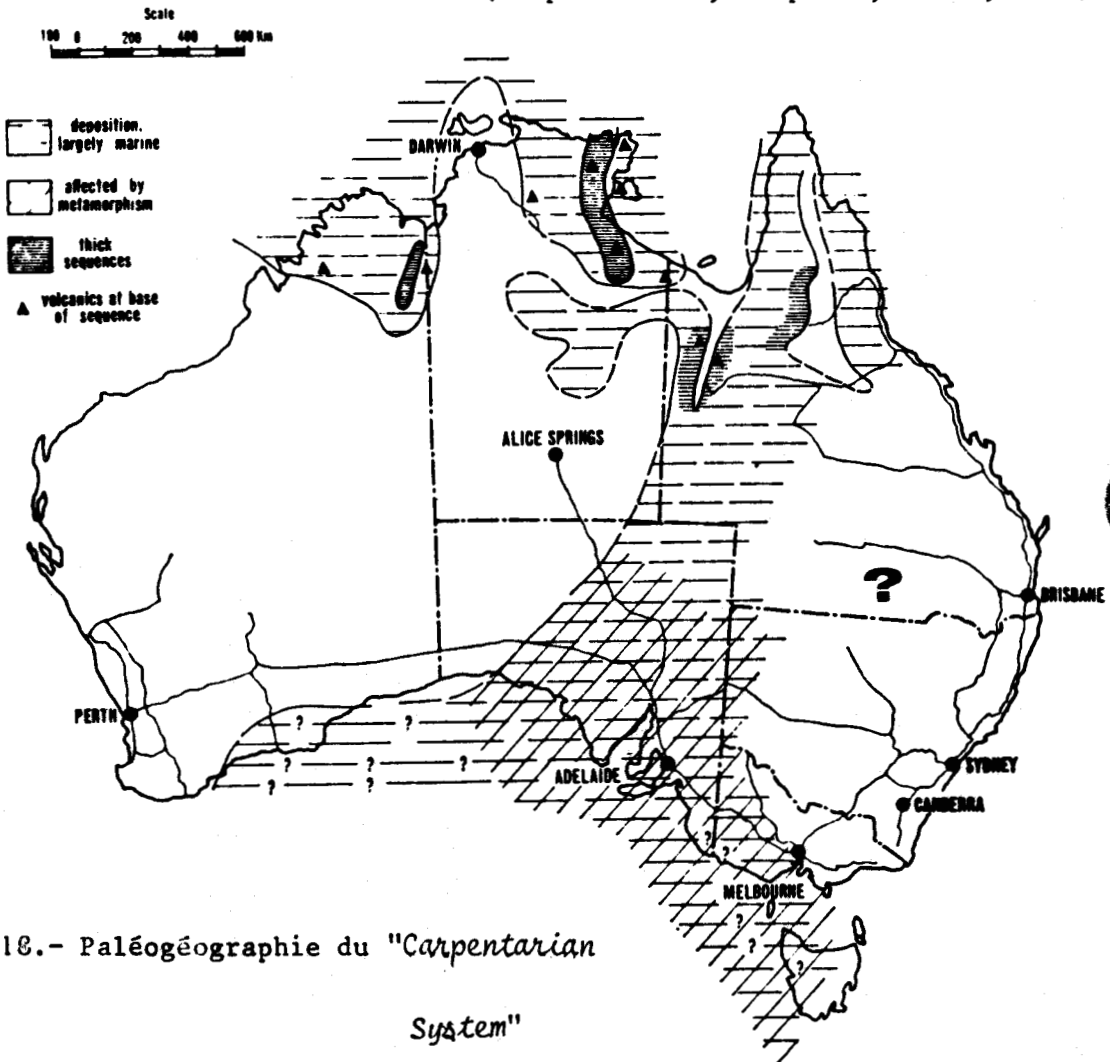


Fig. 1.18.- Paléogéographie du "Carpentarian System"



### 3.1.2.2.3. Le Protérozoïque

Il est subdivisé en trois systèmes :

- "Nullaginan System" (-2300 à -1800 M.A.),
- "Carpentarian System" (-1800 à -1400 M.A.),
- "Adelaidean System" (-1400 à - 600 M.A.).

#### "Nullaginan System"

Ce système a été bien étudié en Australie Occidentale et plus spécialement dans le bassin de Nullagine (fig. 1.17) où il est le mieux développé. Il y présente des séries épaisses de roches sédimentaires et volcaniques que l'on rencontre également dans le Territoire du Nord. On trouve aussi des terrains métamorphiques dans d'autres régions du Territoire du Nord et dans le Queensland.

#### "Carpentarian System"

En Australie méridionale et à l'Ouest de la Nouvelle Galles du Sud, existent des ensembles métamorphiques. Dans la partie septentrionale du continent, on rencontre des séries puissantes non métamorphisées (fig. 1.18).

#### "Adelaidean System"

Il existe dans tous les états, sauf dans le Victoria, Les séries types sont spécialement étudiées dans le géosynclinal d'Adelaïde où l'épaisseur atteint 15.000 mètres (fig. 1.19).

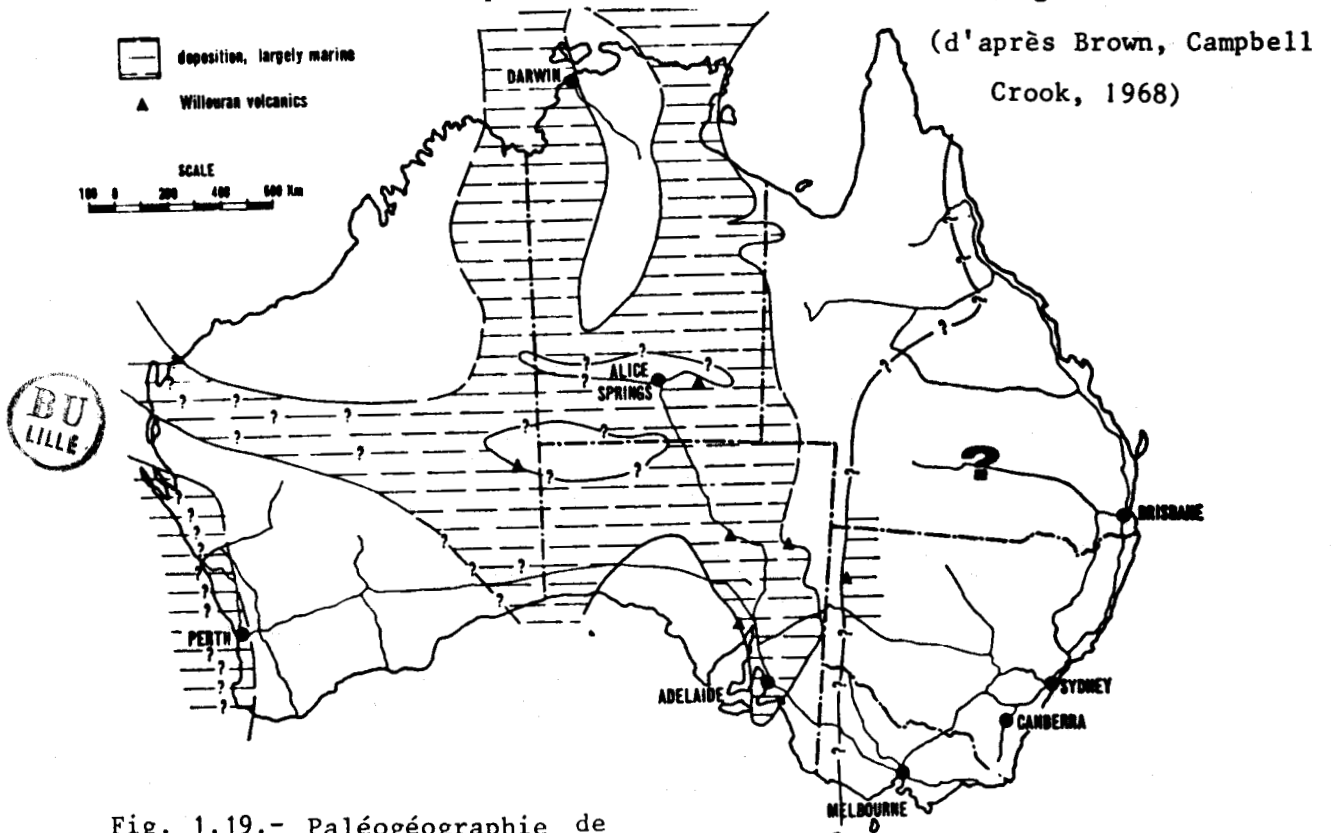


Fig. 1.19.- Paléogéographie de l'"Adelaidean System"

### 3.1.2.3. Le Paléozoïque

Avant de poursuivre cette étude géologique, il faut rappeler que la géologie du continent australien est à rattacher à celle des autres continents gondwaniens (fig. 1.20).

Durant le Précambrien et le Paléozoïque, l'histoire géologique de l'Australie et de l'Antarctique semble commune. Comme on peut le voir sur la figure suivante, les orogènes de Ross et de Borchgrevink de l'Antarctique semblent se prolonger par celles d'Adélaïde et Tasmane. Durant cette période, la partie Est du continent australien va s'édifier.

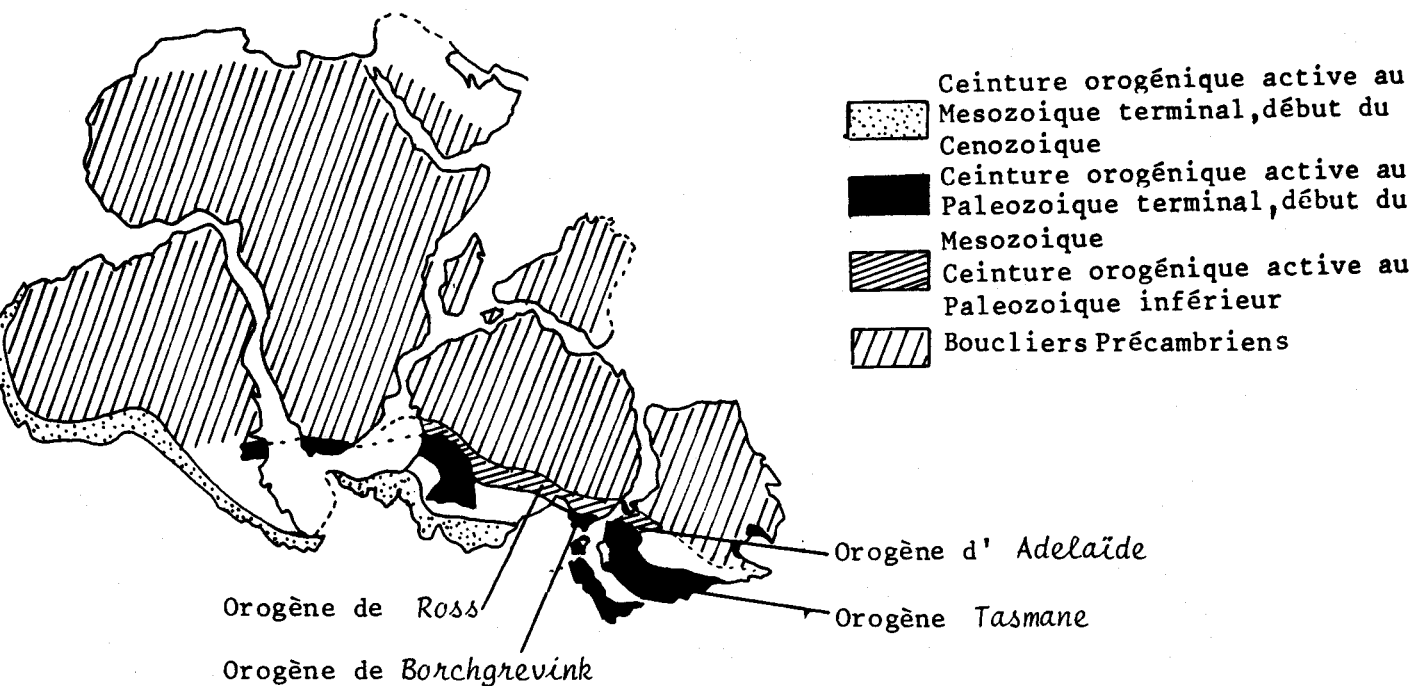


Fig. 1.20.- Reconstitution tectonique du Gondwana (d'après Campbell et Craddock, 1977) simplifiée.

### 3.1.2.3.1. Le Cambrien

Au Cambrien inférieur (fig. 1.21), des basaltes tholéïtiques s'épanchent dans le Nord-Ouest du continent. Dans le géosynclinal d'Adélaïde et dans le bassin d'Amadeus se rencontrent des dépôts terrigènes et carbonatés. Dans le géosynclinal tasman se forment des schistes argileux.

Au Cambrien moyen, la mer se retire du géosynclinal d'Adélaïde et des mouvements tectoniques débutent alors. Le Cambrien supérieur, du Victoria et de Tasmanie est composé de conglomérats, de schistes et de tuffs.

De nombreux fossiles caractérisent le Cambrien (Trilobites, Brachiopodes).

Au Cambrien, le climat est chaud et aride.

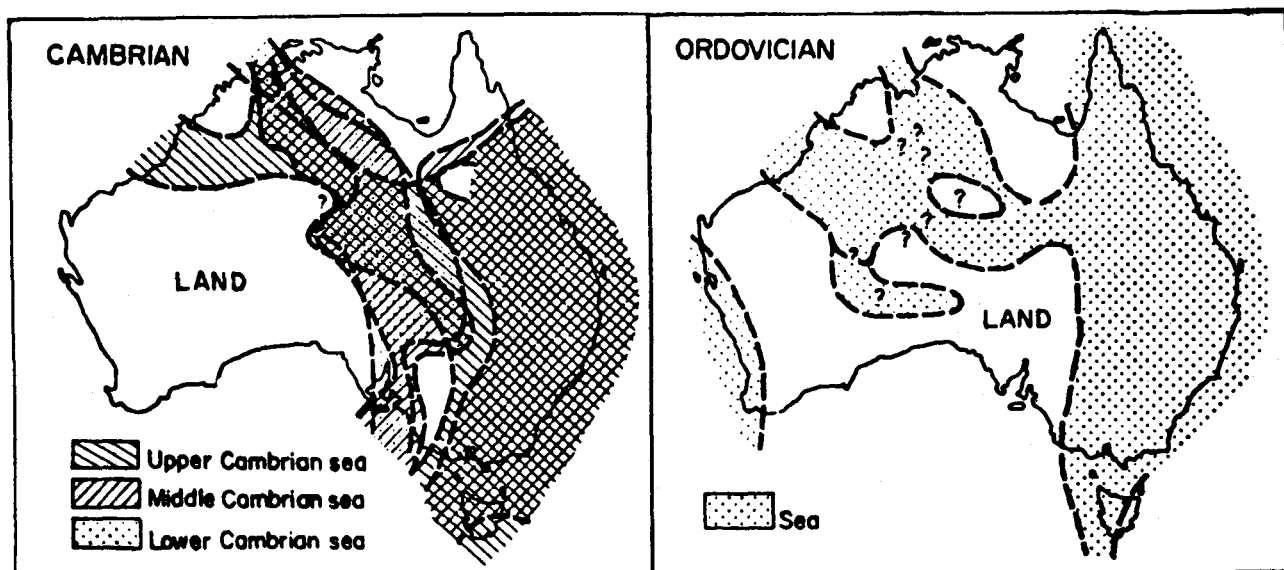


Fig. 1.21.- Paléogéographie du Cambrien | Fig. 1.22.- Paléogéographie de l'Ordovicien

### 3.1.2.3.2. L'Ordovicien (fig. 1.22)

On note au Nord-Ouest et au centre du continent, des dépôts de mer peu profonde. Le bassin le plus connu des géologues est celui d'Amadeus caractérisé par les faciès coquillers riches en céphalopodes.

Une faune à graptolites remarquablement complète, présente dans le géosynclinal tasman, permet actuellement des divisions stratigraphiques très poussées.

Une régression marine s'amorce au cours de l'Ordovicien.

### 3.1.2.3.3. Le Silurien (fig.1.23)

La régression continue. Les sédiments sont confinés au géosynclinal tasman et dans le bassin de Carnavon où les dépôts sont de mer épicontinentale. Le bassin d'Amadeus est réduit à un grand lac, ses dépôts sont continentaux.

A la fin du Silurien, la phase de Bowring se manifeste et se poursuit jusqu'à l'Eodévonien. Elle est à l'origine d'intrusions granodioritiques.

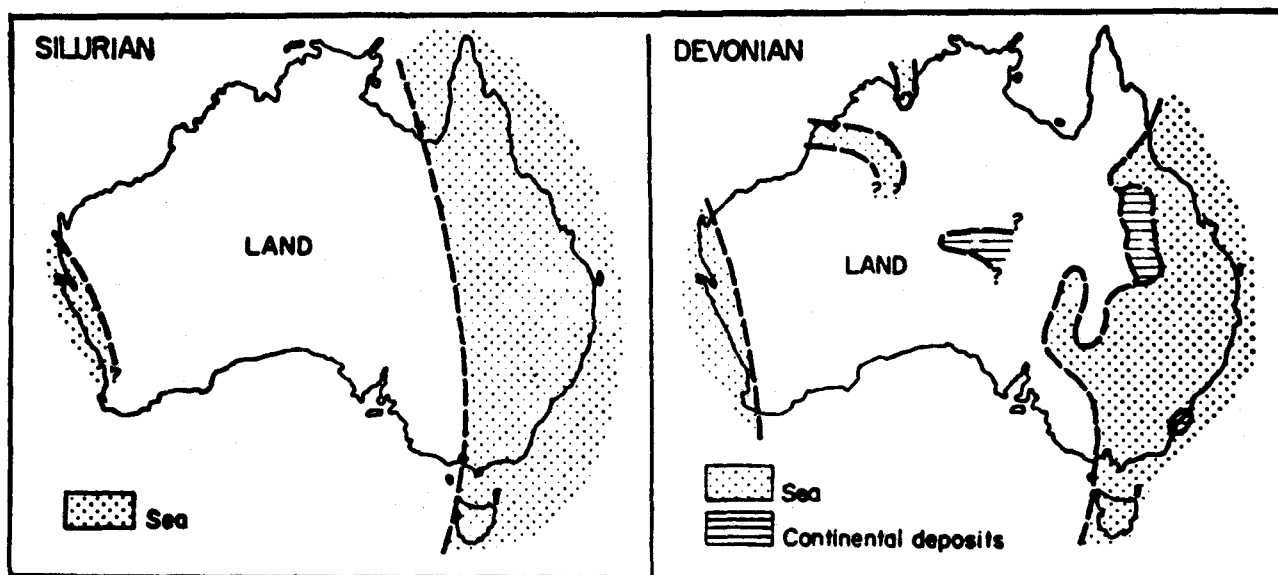


Fig. 1.23.- Paléogéographie du Silurien | Fig. 1.24.- Paléogéographie du Dévonien

### 3.1.2.3.4. Le Dévonien (fig.1.24)

Au cours du Dévonien, des sédimentations appartenant à une grande diversité d'environnements existent, tels des bassins arides continentaux, des fosses océaniques, des plateformes récifales.

Les faunes et flores fossiles qui en dérivent sont donc très variées.

Au Dévonien inférieur existe une activité tectonique à laquelle sont associées d'importantes intrusions plutoniques.

Au Dévonien moyen, prend place la phase orogénique de *Tabberabberan*.

Au Dévonien supérieur, presque toute la partie Est de l'Australie est le siège de dépôts continentaux rouges.

Au Dévonien, le climat est chaud, parfois aride.

### 3.1.2.3.5. Le Carbonifère (fig.1.25)

Il est relativement mal individualisé sur le continent australien. Les sédimentations sont continues du Dévonien au Carbonifère.

Dès le Carbonifère inférieur, l'Australie occidentale tend à émerger. Les lieux de sédimentation marine et les bassins épicontinentaux sont de plus en plus réduits.

Au Carbonifère moyen, des mouvements hercyniens se manifestent. Un des plus violents mouvements est celui provoqué par la "Karimbran Orogeny" qui va affecter le géosynclinal tasman.

Le Carbonifère supérieur voit le début de la grande histoire glaciaire de l'Australie (*Kottung ice age*) dont l'apogée se situe au Permien (fig. 1.25). Il y a extension de la calotte glaciaire jusqu'au Nord de l'Australie. De puissants niveaux de tillites en résultent. Ils marquent la base de la série typiquement gondwanienne.

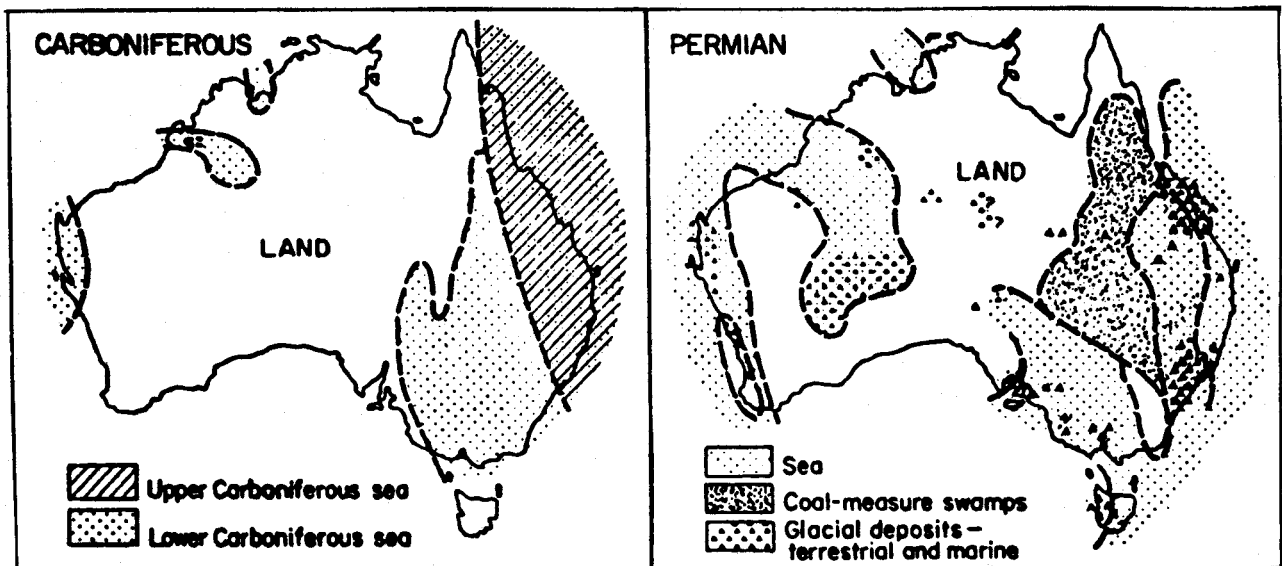


Fig. 1.25.- Paléogéographie du Carbonifère | Fig. 1.26.- Paléogéographie du Permien

### 3.1.2.3.6. Le Permien (fig.1.26)

Les sédiments permien affleurent de façon notable sur tout le continent australien.

Du charbon et du pétrole issus des dépôts permien sont actuellement exploités de façon très rentable. La faune et la flore fossiles sont abondantes et typiques du Gondwana comme, par exemple, *Gangamopteris* et *Glossopteris*. Le début du Permien est marqué par la phase hercynienne de *Hunter-Bowen*. Les glaciers, qui caractérisent le Permien, couvrent la majorité du continent. Cependant, on trouve à l'Est dans les bassins de Bowen, Sydney et Tasmania des dépôts houillers.

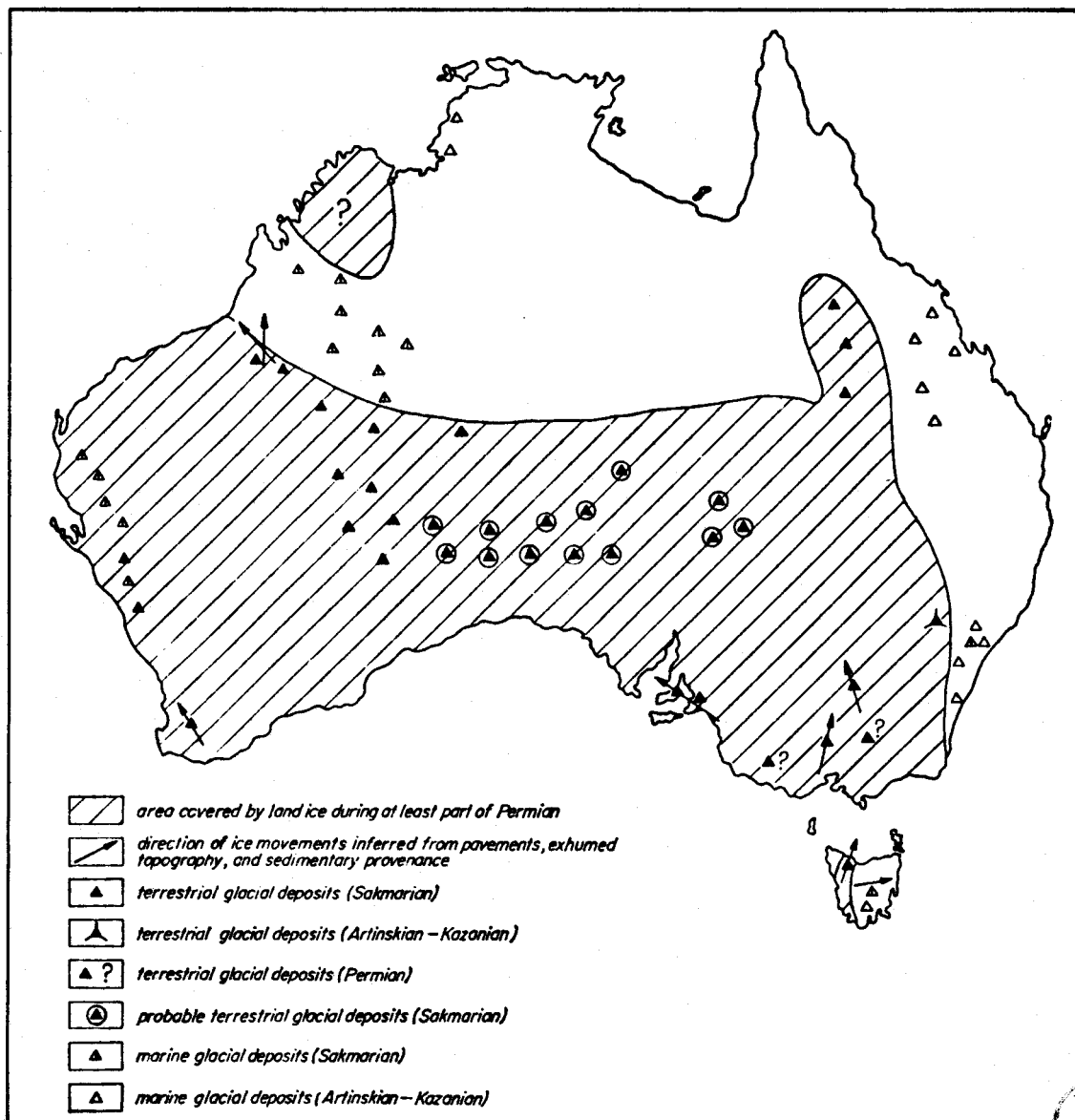


Fig.1.27-La distribution des dépôts glaciaires permien en Australie.  
(d'après Brown,Campbell,Crook, 1968).

A l'Ouest du pays, la tectonique permienne se limite dans la plupart des cas à une tectonique verticale de fracture et parfois de subsidence. Cependant, plus au Nord, dans le "Newcastle geosyncline", la tectonique permienne peut être tangentielle.

Ainsi, par ces mouvements, se termine la "construction" du continent australien. Il est de coutume de résumer cette construction en ses quatre périodes orogéniques :

- Archeen
- Nullaginian-Carpentarian
- Carpentarian-Adelaïdean
- Paleozoïque

### 3.1.2.4. Le Mésozoïque

En Australie, le Mésozoïque est une période de calme orogénique, la sédimentation est peu importante. Elle est due au jeu des régressions et des transgressions épicontinentales qui continuent jusqu'au Jurassique moyen.

#### 3.1.2.4.1. Le Trias (fig.1.28)

L'histoire du géosynclinal tasman s'achève au Permien. La sédimentation triasique est peu développée. Les faibles transgressions marines disparaissent au Trias supérieur.

La flore à *Glossopteris* disparaît. Elle est remplacée par une flore possédant entre autres *Ginkgo*.

La faune comporte des amphibiens (*Mastodonsaurus*, *Capitosaurus*) que l'on retrouve dans les sédiments fluvio-lacustres triasiques.

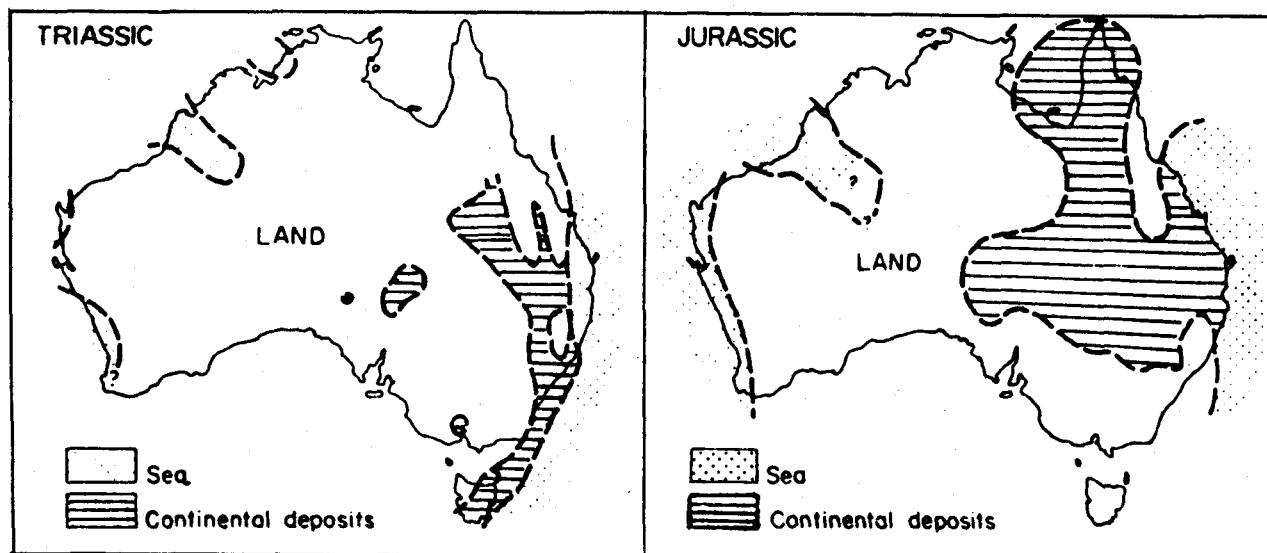


Fig. 1.28.- Paléogéographie du Trias | Fig. 1.29.- Paléogéographie du Jurassique

#### 3.1.2.4.2. Le Jurassique (fig. 1.29)

Le Jurassique est une période tectoniquement stable.

Les dépôts sont essentiellement fluviatiles. Ils sont localisés dans le "Great Artesian Basin" situé dans les Etats de la Nouvelle Galles du Sud et du Queensland et dont l'histoire débute au Jurassique.

A l'Ouest et au Nord du continent, on trouve des sédiments jurassiques marins.

#### 3.1.2.4.3. Le Crétacé (fig. 1.30)

Il constitue le tiers des affleurements australiens.

Les mers épicontinentales du Crétacé inférieur recouvrent presque tout le continent australien.

A l'Aptien, la mer de Roma-Tambo qui envahit l'Australie centrale, coupe le continent en trois îles.

Au Crétacé supérieur, cette mer se retire.

Les marsupiaux envahissent l'Australie à la limite Crétacé-Paléocène, probablement à partir de l'Amérique du Sud, au travers de l'Antarctique.

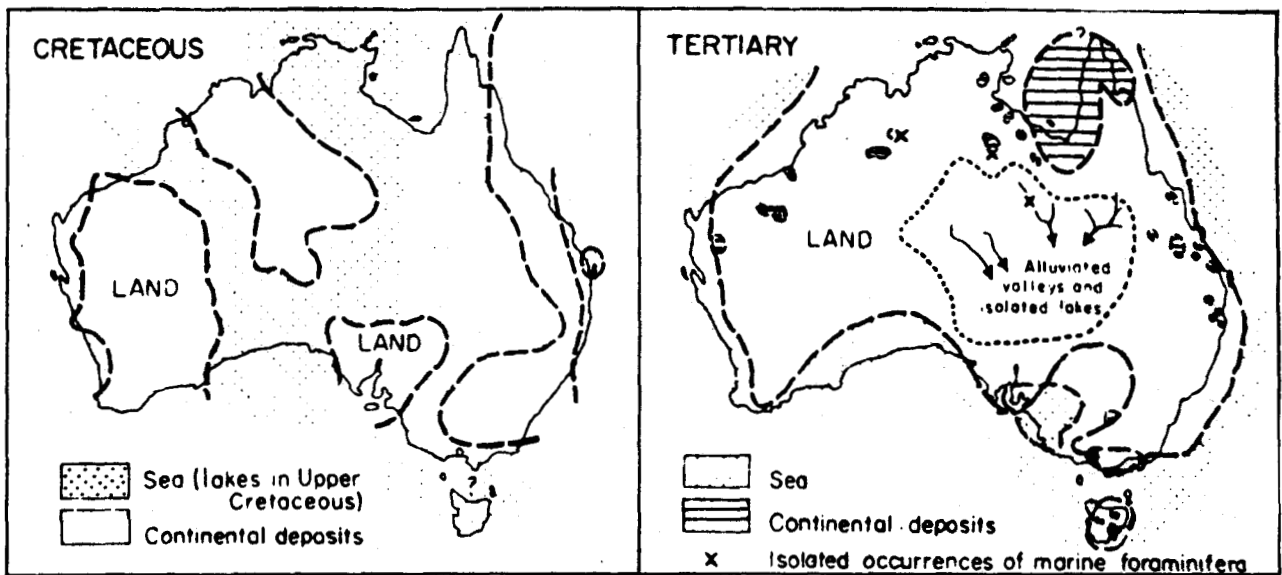


Fig. 1.30.- Paléogéographie du Crétacé | Fig. 1.31.- Paléogéographie du Tertiaire

### 3.1.2.5. Le Cénozoïque (fig. 1.31)

L'évolution du continent australien se fait désormais indépendamment des autres continents gondwaniens (fig. 1.32). L'Australie a presque sa forme actuelle.

La sédimentation est principalement continentale. Le Tertiaire marin est limité aux rivages du continent.

A l'Oligocène, le centre du continent australien est occupé par un vaste bassin dont aujourd'hui ne subsiste que le lac Eyre.

A la fin du Tertiaire, un grand mouvement épiorogénique, le "Kosciuko Uplift" soulève l'ensemble de l'Australie.



### 3.1.2.6. Le Quaternaire

Le continent australien est le siège d'une sédimentation fluviale et éolienne.

Des glaciers reviennent sur l'extrême Sud du continent, principalement en Tasmanie et sur l'Est du Victoria.

La partie méridionale du continent connaît une activité volcanique importante dont il reste à l'heure actuelle 100.000 km<sup>2</sup> de basaltes érodés. La grande barrière de corail s'édifie.

Au Quaternaire, par ailleurs, l'altération est pratiquement nulle sur le continent australien, ce qui entraîne un manque navrant d'affleurement, le continent n'étant pas "décapé".

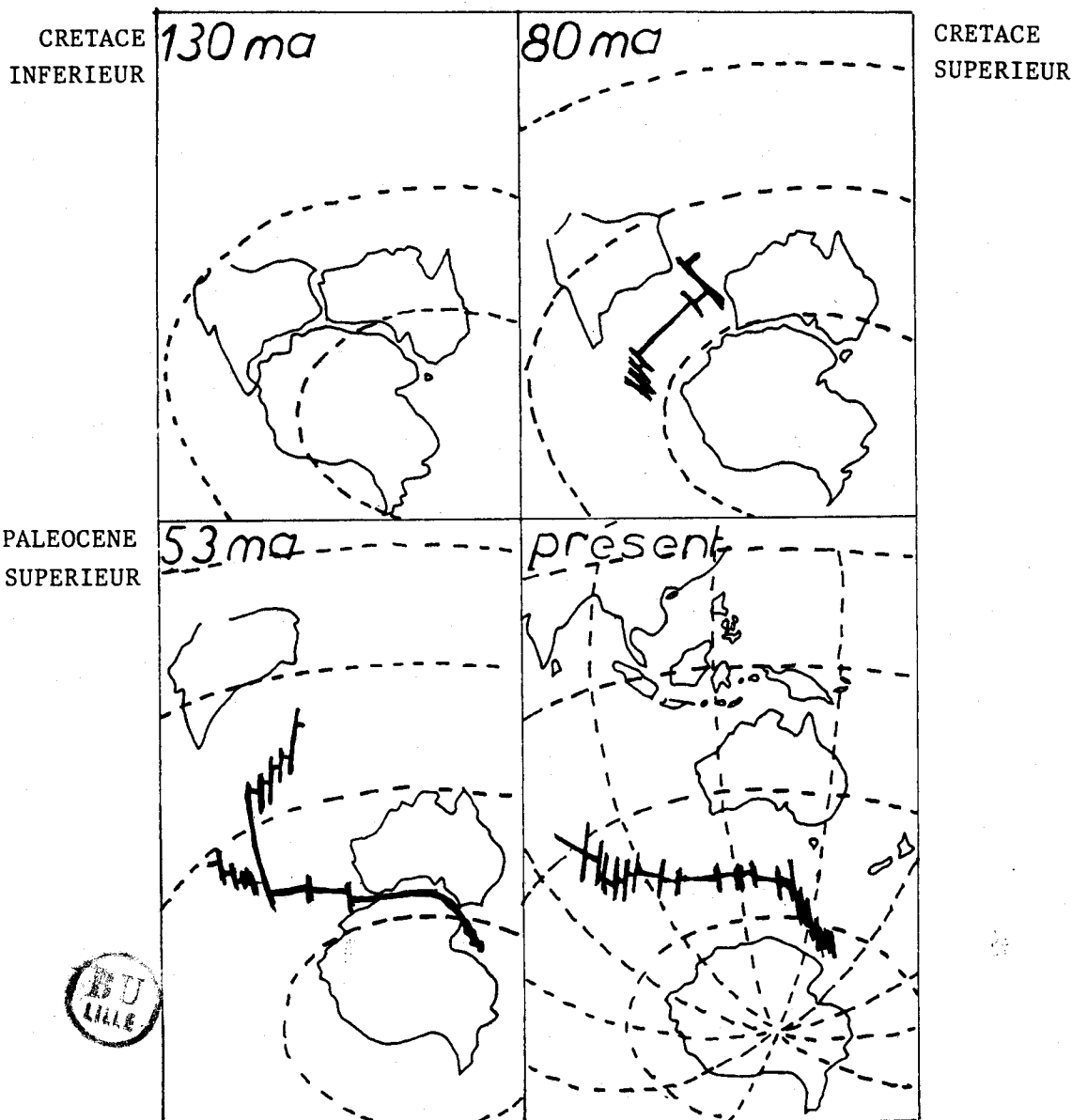


Fig.1.32.-Séparation des continents indien, antarctique et australien depuis le Crétacé inférieur jusqu'à nos jours (d'après Veevers et Mc Elhinny, 1966).

### 3.1.3. Géologie du Victoria

#### 3.1.3.1. Introduction (fig. 1.33)

Le Précambrien n'apparaît pas dans le Victoria.

Le Paléozoïque est caractérisé par une instabilité tectonique provoquée par des forces élémentaires qui viennent de l'Est et créent de longues dépressions à dépôts importants.

Une stabilisation progressive commence à partir de l'Ordovicien supérieur et se complète durant le Carbonifère.

Un régime tectonique différent plus doux qui produit une orientation Est-Ouest des roches plus jeunes, s'établit durant le Mésozoïque et persiste jusqu'à nos jours comme en témoignent les mouvements du Quaternaire et la présence de Bass Strait et des Highlands.

#### 3.1.3.2. Le Cambrien

On l'observe au centre et à l'Ouest de l'Etat sous la forme de ceintures de roches vertes.

#### 3.1.3.3. L'Ordovicien

A l'Ordovicien, les conditions géosynclinales s'établissent d'un bout à l'autre de l'Etat.

Le volcanisme est complètement absent.

Bien que les formes benthoniques soient absentes, la faune à graptolites très riche dans le centre du Victoria rend possible l'une des subdivisions zonales les plus détaillées du monde. Ces dépôts océaniques sont constitués d'une épaisse séquence de grès silteux, de grauwackes, de siltites argileuses et sableuses, d'argilites sableuses et de quelques niveaux calcaires.

Tandis que dans le Victoria central, l'Ordovicien et le Silurien sont concordants, l'ensemble du Victoria de l'Est est sujet à d'intenses déformations ("*Benambran Orogeny*"). Elles provoquent un métamorphisme intense en Victoria orientale et plissent les terrains selon une direction majeure Nord-Nord Ouest/Sud-Sud Est.

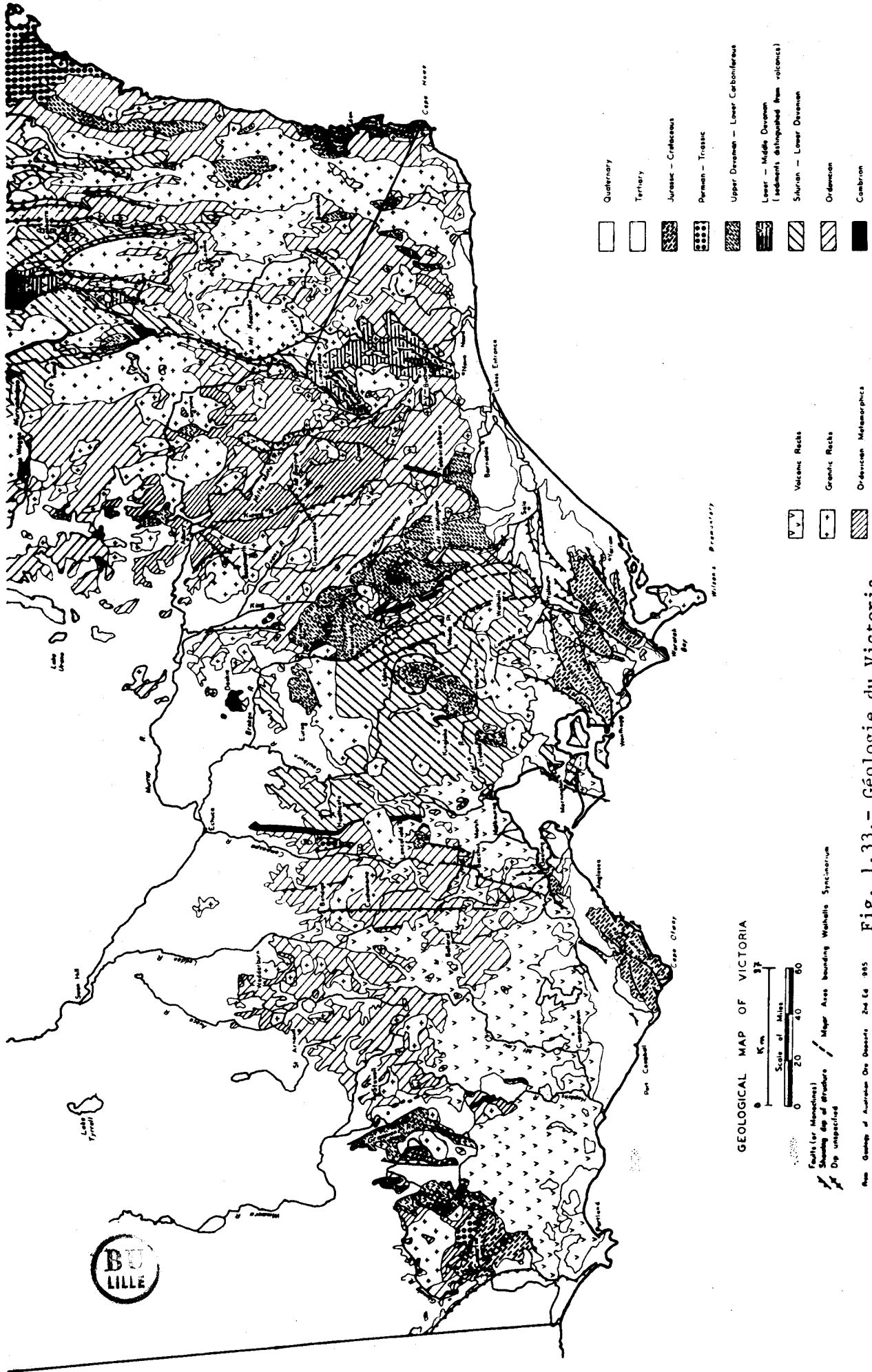


Fig. 1.33.- Géologie du Victoria

(in Andrew, Marsden, 1973)

#### 3.1.3.4. Le Silurien, le Dévonien inférieur et moyen

On note trois régions de sédimentation différente dans le Victoria :

- au centre, le sillon de Melbourne montre un silurien concordant sur l'Ordovicien. Le Silurien et le Dévonien inférieur sont constitués par une épaisse série d'origine marine à argile, grès, conglomérat et calcaire;
- à l'Est, le Silurien est discordant sur l'Ordovicien. Au Silurien, un volcanisme acide existe . Il est suivi par un dépôt de conglomérat, silts et grès qui est plissé à la fin du Silurien, par la phase de *Bowling*.

Le Dévonien inférieur présente des niveaux continentaux. Ils sont recouverts par un niveau volcanique et des niveaux de calcaires, argilites et grès;

- à l'Ouest, le Silurien est fortement discordant sur l'Ordovicien et le Cambrien. Le Silurien est continental. Il est plissé au Dévonien par la phase de *Tabberabbera*.

#### 3.1.3.5. Dévonien supérieur et Carbonifère

L'ensemble du Victoria est largement stabilisé. Durant la fin du Dévonien et le Carbonifère inférieur, une épaisse sédimentation non marine est limitée à 2 structures en grabben, les Grampians (à l'Ouest) et sur le flanc oriental du sillon de Melbourne.

Des volcans acides sont répandus au Dévonien supérieur.

#### 3.1.3.6. Permien et Trias

Une période de calme tectonique prend place durant le Permien et le Mésozoïque inférieur.

Le Permien est représenté par des sédiments glaciaires et fluvio-glaciaires préservés de l'érosion par des failles. Les séquences sont peu épaisses, excepté à *Bacchus Marsh*.

#### 3.1.3.7. Jurassique et Crétacé

Il n'existe pas de sédiments jurassiques en Victoria.

Les affleurements du Crétacé sont localisés dans les bassins d'*Otway* et de *Gippsland* et sont composés d'alternances d'arkose et d'argilite, reposant sur un niveau de conglomérat sporadique (fig. 1.15).

### 3.1.3.8. Le Cénozoïque

Une activité tectonique moyenne se rencontre de façon intermittente à travers le Tertiaire avec des déformations dans les bassins sédimentaires et un système actif de failles dans les roches paléozoïques. Le mouvement le plus évident cependant prend place durant et après le Pliocène.

Le Cénozoïque se dépose en concordance sur le Crétacé, le débordant légèrement au Nord dans trois bassins principaux, d'orientation Est-Ouest (bassins d'*Otway*, *Gippsland* et *Murray*).

Durant le Paléocène-Eocène inférieur, la sédimentation qui se compose de sables, graviers, argiles, est riche en matière organique et en pyrite. L'environnement est celui de mer marginale.

A l'Eocène supérieur-Oligocène-Miocène, le dépôt est de type paralique.

L'activité volcanique est continue pendant le Cénozoïque mais montre deux phases plus intenses au Paléocène-Eocène ("*Oldex Volcanics*") et au Plio-Pléistocène ("*Newer Volcanics*") avec émission de basaltes andésitiques.

### 3.1.3.9. Le Quaternaire

La sédimentation fluviatile et éolienne qui apparaît sur tout le Continent est présente dans le bassin de *Murray*.

Les glaciations quaternaires sont limitées à l'Est de l'Etat.

### 3.1.4. Evolution géomorphologique du Victoria

Les plus anciens éléments géomorphologiques reconnaissables dans le paysage du Victoria sont des reliques d'érosion datant de la fin du Paléozoïque ou du Mésozoïque inférieur.

Durant le Paléozoïque se développe un géosynclinal. Puis, il y a diminution progressive des dépôts présents dans les dépressions et activité volcanique. Le Paléozoïque se termine par une glaciation étendue puis par une dénudation. Cette dernière se poursuit durant une grande partie du Permien, du Trias et la plupart du Jurassique. De vastes surfaces d'érosion sont ainsi produites. On en trouve encore des fragments représentatifs dans le paysage actuel (*Mont Macedon*, les "*Ranges*" d'*Healesville-Warburton* et les *Cobberas*). Cette période de calme tectonique se termine probablement

au Crétacé inférieur par une montée épiorogénique Est-Ouest, de signification fondamentale dans l'évolution géomorphologique du Victoria.

Durant le milieu du Crétacé jusqu'au Paléocène inférieur, les sédiments du Crétacé inférieur sont couverts d'alluvions, faillés et basculés. La distribution des sédiments marins du Crétacé supérieur à l'Ouest de l'*Otways* suggère que l'activité tectonique commence peu de temps avant l'Albien. Une érosion subséquente produit un terrain adouci sur lequel de larges dépressions peu profondes se développent. Simultanément se développent des régions avec des marées, des fleuves, des deltas et des environnements marins. La transgression marine atteint son maximum au Miocène inférieur. Les sédiments tertiaires (et du Crétacé inférieur pour le Victoria occidental) sont confinés aux bassins de *Murray*, d'*Otway*, de *Torquay* et du *Gippsland*, indiquant que ces surfaces ont commencé à s'abaisser au moins au Crétacé inférieur et au Tertiaire inférieur. La présence de sédiments permien non glaciaires dans le *Gippsland* suggère que dans ces endroits la subsidence peut avoir commencé plus tôt.

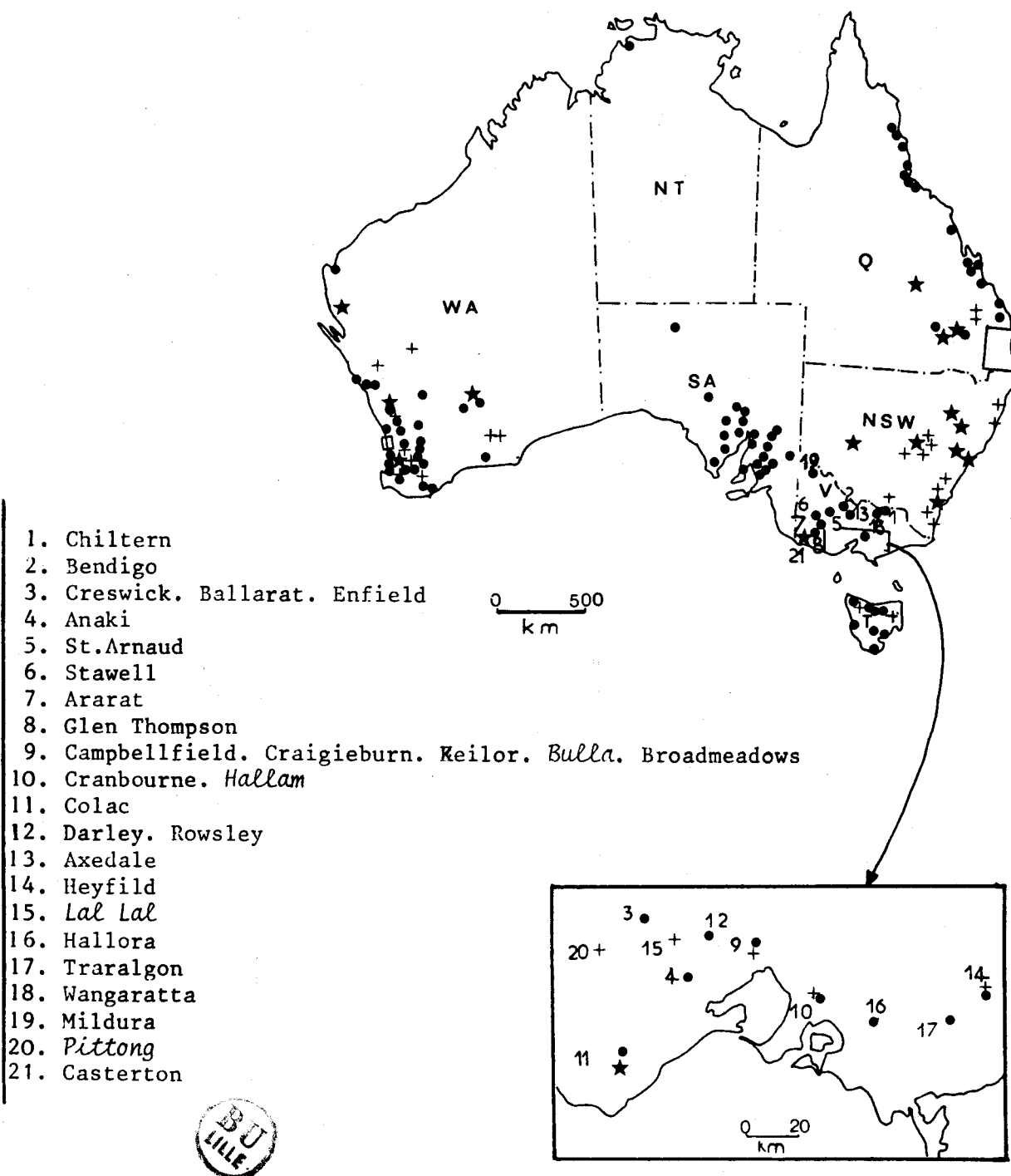
Le second événement significatif dans l'évolution géomorphologique du Victoria est l'épisode tectonique du Pliopléistocène : le "*Kosciuko Uplift*" qui atteint un maximum à l'Est mais dont les effets s'étendent sur presque tout l'Etat. Ces mouvements qui continuent en diminuant jusqu'à présent, établissent finalement la charpente morphotectonique contemporaine.

D'autres modifications géomorphologiques sont à rattacher à l'activité volcanique (importante dans le Victoria occidental), à des fluctuations dans le niveau de la mer et à des changements climatiques (affectant le drainage, l'altération et la formation du sol).

### 3.2. INTERET ECONOMIQUE DES ARGILES DU VICTORIA

#### 3.2.1. Introduction

Les argiles kaoliniques de l'Etat du Victoria se prêtent à de multiples utilisations : briques, conduits, tuiles, produits réfractaires, faïencerie. De petites quantités sont utilisées comme kaolinites de remplissage pour le papier et le plastique ("*paper and plastic fillers*"). On les rencontre aussi dans l'industrie du caoutchouc, en médecine, etc... Très peu de kaolinites d'Australie entrent dans la fabrication du papier couché. Elles sont pour la plupart importées de Georgie (U.S.A.) et du Japon.



+ Kaolinite (Q, WA); argile kaolinique (NSW, V, T, NT)  
★ Argile bentonique (Q); bentonite (NSW, V, WA)  
● Argile structurale (Q, V, NT, T); argile (SA);  
argile céramique (WA).

Fig.1.34 - Localisation des argiles d'Australie  
(d'après S.H. TAN, 1976. modifié)

Le facteur important dans le choix du site d'extraction est le coût du transport du matériau brut et des produits finis; les argiles sont donc exploitées autour des villes importantes (fig.1.34) telles que *Melbourne, Ballarat, Bendigo, Shepparton, Vallourn-Traralgon* et *Colac*.

On connaît dans cet Etat d'autres dépôts d'argile, parfois meilleurs, mais non utilisables immédiatement à cause du coût élevé du transport.

### 3.2.2. Argiles du Paléozoïque inférieur

La majorité des argiles sont extraites du Siluro-Dévonien de Melbourne et dans les couches ordoviciennes des villes plus occidentales (*Ballarat, Bendigo* etc...)

La matière première des carrières autour de Melbourne et Ballarat est paléozoïque. En d'autres endroits, elle résulte de l'altération par lessivage et oxydation durant le Cénozoïque des roches mères. A partir des roches argileuses de l'Ordovicien et du Silurien, trois types importants de profils très altérés par l'action des agents atmosphériques, se sont développés durant le Cénozoïque :

- un profil blanc kaolinisé,
- un profil latéritique à zone tachetée plastique,
- une zone à altération brune.

#### 3.2.2.1. Profil blanc kaolinisé

Ce profil était déjà bien développé et presque érodé pendant la période volcanique de l'Oligocène ("*Older Volcanics*"). Il représente probablement la zone pâle d'un profil latéritique. Si tel est le cas, le niveau supérieur ferrugineux est rarement vu en place dans le Victoria, mais il y a de nombreux dépôts de sable alluvial à tâches de fer qui proviennent probablement de sa destruction. Les sédiments ordoviciens et siluriens et le granite dévonien sont très altérés, probablement dans une région à faible relief.

Des coupes blanches font généralement 20 à 30 mètres d'épaisseur et le profil originel complet devait être réellement plus épais. Elles ont été préservées par différents processus géologiques :

- formation sur une pénéplaine où l'érosion devait être minimum;
- protection du matériau blanc par ses propres lits ferrugineux;



- protection par des coulées volcaniques ("*Older Volcanics*");
- protection par des dépôts rouges alluviaux sableux, la plupart d'entre eux ayant été depuis érodés;
- persistance jusqu'à la protection par les volcans du Pliocène ("*Newer Volcanics*").

Dans certains endroits cependant, le lit blanc, qui peut avoir été très étendu à la fin de l'Eocène, a été complètement déplacé par l'érosion. Cet épais produit blanc kaolinisé provient d'alluvionnement et de granite paléozoïque. Il se présente parfois en place. Il est la source de presque toutes les argiles réfractaires utilisées dans le Victoria pour la fabrication des briques de façade peu colorées, des matériaux réfractaires et des faiences.

L'argile résiduelle des granites profondément lessivés a une place importante dans de nombreuses industries. On rencontre de l'argile d'une blancheur exceptionnelle lorsque le fer a été complètement éliminé par lessivage comme à *Lal Lal*<sup>+</sup>. Elle peut alors être utilisée comme charge pour le papier. Lorsque le feldspath a été complètement kaolinisé, la teneur en alumine peut être de 25 % donnant des argiles réfractaires très intéressantes (par exemple à *Hallam*<sup>+</sup> et *Broadmeadows*). Lorsque le quartz est supprimé par lavage, l'argile est utilisable pour le papier, le caoutchouc, la peinture et dans des buts thérapeutiques (argile de *Bulla*<sup>+</sup>). Des dépôts similaires existent à *Linton*<sup>+</sup>, *Pittong*<sup>+</sup>, *Warrenheip* et *Pyalong*<sup>+</sup>.

Autour de Melbourne et de Ballarat, on rencontre de nombreux dykes de composition intermédiaire qui recoupent les roches siluriennes et ordovi-ciennes. Ils ont de 0,5 à 3 mètres de large. Ils sont kaolinisés probablement durant le Cénozoïque inférieur jusqu'à des profondeurs de 200 mètres, lorsque le niveau hydrostatique favorise un drainage important. A "*Mount Egerton*", les argiles sont utilisées comme charge pour le papier et le caoutchouc.

---

+ Ces argiles seront étudiées en détail ultérieurement.

A *South Yarra*, un dyke a été exploité pour la terre à feu. D'autres sont connus à *Gordon, Lal Lal, Clunes, Stawell, Castlemaine, Elaine, Northcote, Ringwood, Croydon* et *Lilydale*.

Le profil blanc kaolinisé est interprété de différentes façons (GASKIN, 1944; KEBLE et WATSON, 1952; BELL, 1966 *in* DOUGLAS, FERGUSON 1976)

### 3.2.2.2. Profil latéritique avec une importante zone plastique tachetée

Les importantes altérations qui continuent après la coulée des "Olders Volcanics" ont souvent une grande épaisseur (10-15m). Elles donnent des argiles et des oxydes de fer.

GILL (1964) suggère que ces altérations se produisent sous une haute pluviosité qui persiste jusqu'au commencement du Pliocène, après quoi la pluie est saisonnière. Sous cette influence, la latérite se forme à l'excès dans le Victoria, particulièrement sur les pénéplaines. Une zone supérieure riche en fer se développe ainsi qu'une importante zone tachetée en dessous qui est la source de la majorité de l'argile plastique à céramique utilisée autour de Melbourne pour la fabrication des tuyaux et tuiles. Le composant plastique utilisé pour la fabrication des briques par extrusion est extrait des mêmes dépôts.

Dans les deux zones riches en fer et tachetées, la structure originelle en lit est détruite et les textures prédominantes sont dues au gonflement et à la déformation de l'argile et à l'illuviation des minéraux d'argile et de fer.

Sous la zone tachetée existe une zone kaolinisée pâle de 1 à 5 m d'épaisseur qui est similaire, dans le contenu minéral et la texture, à l'important profil blanc kaolinisé. Apparemment le lessivage ne continue pas aussi longtemps dans le milieu du Tertiaire que dans le Tertiaire inférieur pendant lequel les très importants profils blancs se forment.

### 3.2.2.3. Zone à altération brune

Sous la zone pâle, il y a toujours une importante épaisseur de schiste météorisé brun et gris bleu avec une structure en lit originelle intacte. Elle peut atteindre de 15 à 20 m d'épaisseur.

Cette importante zone à altération brune semble être la phase initiale de l'altération à la base des profils plus récents. Partout où ces profils du Tertiaire inférieur deviennent sujets à l'augmentation de l'érosion, les lits plus tendres supérieurs sont rapidement dénudés. A leur place, une

couche d'argile plastique de 1 à 2 m d'épaisseur se développe sur une substantielle épaisseur d'un profil brun oxydé préexistant.

L'importante phase à altération brune fournit la plus grande fraction des argiles à brique de Melbourne. Elle contribue à la qualité de la céramique par son faible retrait au séchage, cela grâce à son faible contenu en fines particules et par sa grande résistance au feu.

### 3.2.3. Argiles d'origine mésozoïque

Les argiles du Mésozoïque sont peu communes et peu utilisées dans le Victoria.

### 3.2.4. Argiles du Cénozoïque

Comme il est décrit plus haut, la plupart des argiles industrielles d'origine paléozoïque et mésozoïque sont transformées minéralogiquement au cours du Cénozoïque par des agents atmosphériques. Cependant, d'énormes volumes d'argiles altérées qui sont érodées se déposent comme argiles marines, alluviales ou lacustres du Cénozoïque.

L'argile marine cénozoïque n'est pas bien connue industriellement mais peut être de valeur lorsque le contenu sableux est faible et les nodules de carbonate absents. Malheureusement, les sédiments marins tertiaires autour de Melbourne sont plus souvent du sable argileux que de l'argile. Quelques unes des argiles marines miocènes sont de nouvelles sujettes à l'altération latéritique dans le Pliocène inférieur, par exemple à *Cranbourne*.

#### 3.2.4.1. Vallée alluviale du Cénozoïque inférieur

L'argile d'eau douce du Cénozoïque inférieur est souvent de la kaolinite enrichie, quelquefois charbonneuse. Elle est fréquemment blanche et semi-réfractaire. Elle est formée par l'érosion de la couche blanche lessivée, altérée, très répandue à la fin de l'Eocène. L'argile blanche plastique déposée le long des précédents cours d'eau dérive de lits altérés, blanchis de granite (comme à *Axedale*, *Maude* et *Campbellfield*).

#### 3.2.4.2. Dépôts de bassin d'eau douce du Cénozoïque inférieur

L'argile blanche mise à nu s'accumule dans des dépôts de piemont comme dans l'Est du *Gippsland* et dans la vallée de *Parwan*, à *Darley* et à *Lal Lal*. Ces ensembles sédimentaires sont plus répandus que les dépôts de vallée décrits plus haut et atteignent une considérable épaisseur. Pour la plupart ce sont des sables blancs argileux et des silts, reflétant la prédominance de

leurs ancêtres silurien et ordovicien, mais quelques niveaux ont un contenu très argileux. Ces dépôts sont fréquemment associés à de la lignite.

Près de *Lal Lal*, des dépôts d'argile blanche à lignite ont une puissance totale de plus de 200 m. Ils proviennent de sédiments environnants, ordoviciens et de granite. Quelques unes de ces argiles sont utilisables en faïencerie, vitrifiables autour de 1300°C.

#### 3.2.4.3. Argile d'eau douce du Cénozoïque supérieur

Des changements climatiques au Pliocène supérieur et au Pléistocène entraînent des pluies plus faibles et plus intermittentes et des températures plus basses (GILL, 1964). Ces deux phénomènes et l'érosion accélérée, due au "*Kosciusko Uplift*" ont d'importants effets sur les minéraux argileux produits par altération météorique. La dégradation en profils kaoliniques n'est plus aussi étendue mais des minéraux argileux beaucoup plus illitiques se forment en même temps que de l'argile montmorillonique lorsque le lessivage est difficile. Le fer n'est plus lessivé et isolé, la plupart de l'argile plus tardive est donc rouge et n'est plus utilisable pour les matériaux réfractaires et les faïences. En général, les argiles sont plastiques et se vitrifient aux alentours de 1100°C. On les utilise pour la fabrication des briques, des tuyaux d'égout, des tuiles.

### 3.3. LES KAOLINITES DU VICTORIA ETUDIEES

Le but de notre travail étant de déterminer d'une part les paramètres qui rendent les kaolinites inaptes au couchage et les moyens de valoriser ces kaolinites et, d'autre part, la possibilité de repérer les gisements de kaolinite, à priori, favorables au couchage et non encore exploitées.

Nous avons donc étudié des gisements exploités en les sélectionnant suivant deux critères :

#### 1) critère de qualité

Nous avons préféré les kaolinites résiduelles pour minimiser la présence d'impuretés. Nous avons retenu parmi ces kaolinites celles ayant une composition minéralogique proche de la composition idéale des kaolinites de couchage. Enfin notre préférence s'est portée sur les kaolinites blanches (ou presque).

## 2) critère économique

Nous avons choisi les gisements proches des grands centres industriels (Ballarat, Melbourne).

Par ailleurs, nous avons étudié des gisements s'éloignant des critères de qualité (ex. couleur rouge) et des kaolinites utilisées dans les industries pour avoir des points de comparaison.

De plus, nous avons étudié, outre les kaolinites, les roches mères de ces dernières. En effet, les affleurements et les carottes obtenues par forage révélèrent un fusionnement, jusqu'à des profondeurs de 15 à 30 mètres, avec des roches inaltérées en profondeur.

Dans les paragraphes qui suivent, nous allons déterminer d'une part, les caractéristiques des gisements étudiés et, d'autre part, les échantillonnages effectués. Nous étudierons pour terminer les forages effectués autour de nos prélèvements.

### 3.3.1. Généralités

Les argiles dites-résiduelles étudiées proviennent de granites et granodiorites souvent riches en feldspath mais pauvres en minéraux ferromagnésiens. Les granites intrusifs datent probablement de la fin du Dévonien<sup>+</sup>. BELL (1966) considère que la kaolinisation prend place dans une période d'intense altération durant la fin du Tertiaire, probablement à la fin du Miocène jusqu'au Pliocène inférieur. Bien que GASKIN (1944) pense que la kaolinisation du granodiorite et plus particulièrement celui de Bulla-Broadmeadows, soit associée ou même complètement dépendante de solutions s'infiltrant à partir de basaltes tertiaires.

---

<sup>+</sup>Les cartes géologiques au 1/250000 sont reportées en annexe I.

Ces argiles résiduelles sont en général dans des régions faiblement ondulées de topographie parvenue au terme d'une évolution géomorphologique.

Des expositions naturelles ou dues à la main de l'homme par forage révèlent un fusionnement graduel de roche décomposée avec des roches inaltérées en profondeur. La roche décomposée est formée de quartz, kaolinite et un peu de mica. La profondeur de l'altération varie entre 15 et 30 mètres, mais l'épaisseur utilisable est plus faible, cela étant dû à la présence de fer ou aux altérations incomplètes.

### 3.3.2. Hallam

#### - Caractéristiques

Hallam est située (fig. 1.35, 1.36) à vingt kilomètres au Sud-Est de Melbourne (latitude 37°59' Sud, longitude 147°35' Est).

Les argiles kaoliniques d'Hallam sont dites résiduelles. Elles recouvrent un batholite de granodiorite d'âge dévonien et sont recouvertes par du silurien et un tertiaire sableux.

La carrière étudiée est dans une région très faiblement ondulée, sur le bord de ce qui fut autrefois un marais. En hiver, la partie inférieure de la carrière est inondée à cause de son encaissement et des fluctuations de la nappe libre. Les alluvions donnent une topographie irrégulière. La végétation est représentée essentiellement par des eucalyptus.

Les dépôts kaoliniques d'Hallam sont exploités comme argile réfractaire possédant 25 % d' $Al_2O_3$ . La composition chimique de ces kaolinites reportée sur le tableau 1.7 montre une quantité considérable de  $SiO_2$  et  $Fe_2O_3$ .

#### - Echantillonnage

Nous réalisons une coupe verticale en prélevant des échantillons dans les parties supérieures (top), centrales (middle) et inférieures (bottom) des affleurements.

Dans un premier temps, nous n'avons pu recueillir des échantillons que dans les parties supérieures et centrales, la partie inférieure étant inondée.

	Hallam	Lal Lal	Pittong	Bulla
SiO <sub>2</sub>	60,67	47,36	46,00	45,02
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24,41	36,30	39,00	45,85
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,78	0,88	0,49	0,99
FeO	n.d.	n.d.	n.d.	0,24
MgO	tr.	tr.	0,06	0,65
CaO	-	0,64	0,04	1,76
Na <sub>2</sub> O	} 0,29	0,22	0,10	0,03
K <sub>2</sub> O		0,29	0,13	0,25
TiO <sub>2</sub>	0,92	0,82	0,63	0,57
Perte au feu	10,53	13,80	13,70	14,80
TOTAL	98,60	100,31	100,15	100,16

Hallam (KNIGHT, 1952)

Lal Lal (R.C. CALLISTER, 1924 dans KEBLE et WASTON, 1952)

Pittong (Coating clay kaolin Australia Pty. Ltd. )

Bulla (GASKIN, 1944)

Tableau 1.7.-Analyse chimique.

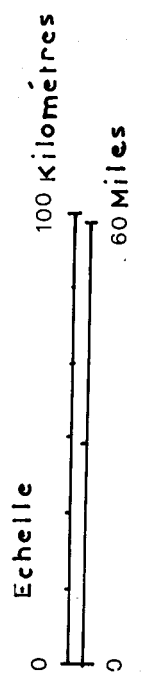




- ① HALLAM
- ② LALLAL
- ③ PITTING
- ④ BULLA
- ⑤ PYALONG
- ⑥ NEERIM



FIG. 1.35 - Extrait de la carte routière du Victoria



GAST: MAP REVERSE SIDE Cape Otway Point Franklin





# HALLAM



1 *Figure 1.36*

Les échantillons ont été prélevés aux emplacements notés sur la figure 1.36. (cf. schéma de la carrière en annexe )

- 1er prélèvement :

1. Hallam top sous 2,5 mètres de sable (HT)
2. Hallam middle à 3,5 mètres d'Hallam top (HM)

- 2ème prélèvement :

3. Hallam top (HT<sub>4</sub>)
4. Hallam middle (HM<sub>3</sub>) identique à Hallam middle du premier prélèvement
5. Hallam bottom (HB<sub>1</sub>)
6. Hallam bottom rouge (H<sub>2</sub>) en contact avec les argiles rouges
7. Hallam bottom, plus à l'Est par rapport aux autres échantillons.

Dans une partie de la carrière fournissant des argiles plastiques.  
8. roche altérée (S154/H).

Ces argiles kaoliniques sont encore en relation avec les autres minéraux du granodiorite altéré. Les feldspaths peu nombreux et non altérés, restent dans le matériel qui consiste en quartz et kaolinite à gros grains. La kaolinite se développe à partir de micas.

Dans la partie inférieure de la carrière, on note la présence de nombreuses tâches rouges dues au fer.

Le pourcentage de feldspath non altéré commence à augmenter au-dessous d'environ 9 à 12 mètres du niveau supérieur.

### 3.3.3. Lal Lal

- Caractéristiques (fig. 1.35;37)

Lal Lal se trouve à vingt deux kilomètres au Sud-Est de Ballarat (latitude 37°41' Sud, longitude 144° 01' Est).

Dans la région de Lal Lal, trois types d'argile se rencontrent :

- des argiles résiduelles formées par altération météorique d'adamellite. Elles affluent largement et s'étendent jusqu'au Nord de Dunnstown;
- des argiles transportées et associées à des dépôts de *Brown-coal* du Tertiaire inférieur;



2

LAL LAL

Figure 1.37

- des argiles transportées d'âge pliocène.

Les argiles résiduelles recouvertes par des basaltes sont exploitées comme argiles réfractaires, argiles à poterie. Elles sont aussi utilisées dans l'industrie papetière.

La carrière que nous étudions, à ciel ouvert, présente une épaisseur exploitable de 8 à 10 mètres. Elle est élevée et située près d'une faille bien nommée "Spring Creek" d'où jaillissent de nombreuses sources, entraînant un excellent drainage.

La composition chimique de la kaolinite extraite dans cette carrière est reportée dans le tableau I.7.

Les impuretés de fer se présentent sous la forme de limonite et le titane sous la forme d'anatase.

#### - Echantillonnage

Les échantillons prélevés, de façon à réaliser la coupe, sont reportés sur la figure 1.37. (cf. schéma de la carrière en annexe )

1er prélèvement :

1. Lal Lal top (noté LT)
2. Lal Lal middle (LM) considéré comme le meilleur niveau
3. Lal Lal bottom (LB)

2ème prélèvement :

4. Lal Lal top (noté L<sub>1</sub>) présence de xenoliths
5. Lal Lal top (L<sub>2</sub>) identique à LT
6. Lal Lal middle (L<sub>3</sub>)
7. Lal Lal bottom (L<sub>4</sub>)
8. Lal Lal sur le bord de l'eau (L<sub>5</sub>)
9. Lal Lal bottom sur le bord de la route (L<sub>6</sub> et L<sub>7</sub>) où on note des tâches de fer (limonite).

En dehors de la carrière, nous avons prélevé des kaolinites stockées en tas pour l'hiver (Lal Lal stock pile) d'une grande blancheur.

3



PITTONG

Figure 1-38

Ces kaolinites sont en association avec des gros grains de feldspaths souvent kaolinisés et des gros grains de quartz par rapport à ceux d'Hallam.

### 3.3.4. Pittong (fig. 1,35,38)

Pittong est situé à environ 35 kilomètres à l'Ouest de Ballarat (latitude 37° 59'Sud, longitude 147°35'Est).

L'argile kaolinique provient d'un granite binaire décomposé à forte teneur en feldspath, avec un peu de mica, le mica ayant été probablement kaolinisé.

Ce matériel kaolinique est d'un blanc pur, avec quelques taches de fer. Les épaisseurs exploitables ont entre 9 et 30 mètres.

La carrière que nous étudions, située au Sud de Pittong, produit depuis peu de temps des argiles pour l'industrie papetière en tant que charge dans la masse et pour le couchage ("*filler and coating pigments*").

Ces kaolinites présentent une composition chimique proche de celle de Georgie et Cornouailles (Tabl. I.6.). La proportion de  $Fe_2O_3$  est inférieure à 0,5 %. Elles sont très blanches et possèdent une haute réflectivité.

- Echantillonnage (cf. schéma de la carrière en annexe)

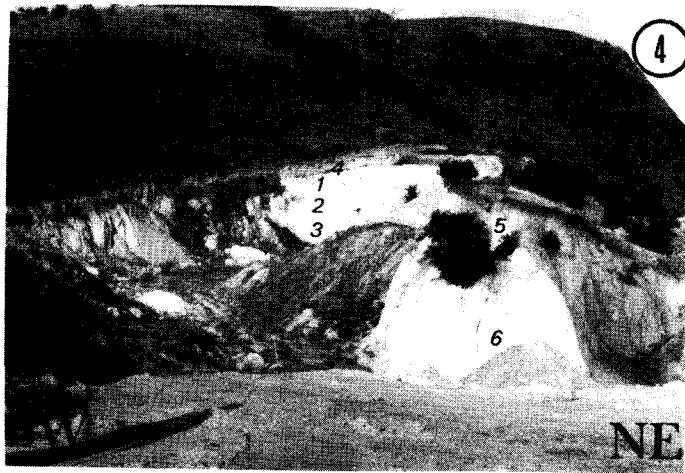
Sur la figure 1.38, nous avons reporté les échantillons collectés.

. dans un premier temps :

1. Dans la partie supérieure, Pittong top ( $P_3$ )
2. dans la partie médiane, Pittong middle ( $P_2$ )
3. dans la partie inférieure, proche de l'eau, Pittong bottom ( $P_1$ ). Cette kaolinite très blanche et brillante est utilisée dans l'industrie du couchage.

. dans un second temps :

4. à la limite de Pittong top et de la couverture végétale
5. échantillon de roche (brèche) pour lame mince (noté  $P_2$ )
6. Pittong top identique à  $P_3$
7. série d'échantillonnage (4. 5.6.) dans la partie de la carrière où la kaolinite est très brillante



# BULLA

*Figure 1-39*



# PYALONG

*Figure 1-40*

4

8. série d'échantillonnage où on note la présence de nodules de limonite.  
9. roches (8154/P1, P4, P5, P9) dans ou hors de la carrière.

3.3.5. Bulla (fig. 1.35, 39).

- Caractéristiques

Bulla est située, approximativement à 20 kilomètres au Nord de Melbourne (latitude 37°38' Sud, longitude 144°48' Est).

Les kaolinites de la carrière étudiée proviennent d'une granodiorite kaolinisée d'une façon irrégulière. Ces parcelles de granodiorite kaolinisée sont adjacentes à la route de Bulla-Sunbury. Elles peuvent atteindre 18 mètres d'épaisseur.

L'argile kaolinique recouvre une granodiorite fraîche et est recouverte par des grès et des sables ferrugineux d'âge cénozoïque ou par des basaltes de la série des *Newer volcanics*. GASKIN (1944) pense que la kaolinisation du granodiorite est liée à l'évolution de gaz et solutions acides accompagnant l'extension des basaltes tertiaires.

Les kaolinites de Bulla sont utilisées comme kaolinites de masse pour le papier, le caoutchouc, la peinture et dans des buts médicaux. Leur composition chimique est reportée dans la tableau 1.7.

- Echantillonnage

Nous avons effectué des coupes dans différentes parties de la carrière, les échantillons ont été prélevés aux endroits indiqués sur la fig. 1.39.

Au niveau d'une grande exposition de 10 mètres, nous avons récolté :

1. Bulla top (noté B<sub>6</sub>T)
2. Bulla middle (B<sub>5</sub>M)
3. Bulla bottom (B<sub>4</sub>b)
4. kaolinite contaminée par le basalte susjacent (B<sub>7</sub>)

Au niveau d'une exposition de 4 mètres sous sol végétal, nous avons prélevé :

5. Bulla top (Noté B<sub>9</sub>)
6. Bulla bottom (B<sub>8</sub>)
7. roche jaune orangée (B<sub>1</sub>)



Enfin, quelques échantillons ont été obtenus en dehors de la carrière :

- kaolinite blanche fraîchement mise à jour,
- roche granitique altérée recueillie pour effectuer une lame mince (n° 8154/B<sub>2</sub>),
- roche granitique (lame mince n° 8154/B<sub>3</sub>).

Les argiles kaoliniques sont en contact avec des gros grains de quartz, de taille atteignant 5 à 10 millimètres de diamètre. Ces quartz sont compris dans une masse kaolinisée de feldspaths et de micas.

### 3.3.6. Pyalong (fig. 1.35,40).

Pyalong est situé à 60 kilomètres au Nord de Melbourne (latitude 37°07' Est, longitude 144°52'Sud).

L'argile résiduelle provient d'un granite fortement lessivé. Cependant, le fer n'a pas été complètement éliminé et les affleurements sont typiquement rouges. La nappe libre affleure par endroits.

Les prélèvements ont été effectués sur l'ancienne voie de chemin de fer qui reliait Kilmore à Heathcote et Bendigo, à l'époque de la ruée vers l'or !

Nous avons prélevé les différents échantillons qui suivent (fig. 1.40) :

1. roche granitique à partir de laquelle nous ferons une lame mince (P<sub>1</sub>)
2. argile blanche près des basaltes et sous l'eau (sous le niveau hydrostatique) (P<sub>2</sub>)
3. toujours sous les basaltes, argile (P<sub>3</sub>).

Pour réaliser une coupe, nous avons prélevé :

4. argile rouge (Rc T<sub>4</sub>), niveau supérieur
5. argile rouge (Rc B<sub>5</sub>), niveau inférieur

### 3.3.7. Neerim (fig. 1.35)

Neerim est situé à 100 kilomètres au Sud-Est de Melbourne.

Les argiles kaoliniques de cette région proviennent de granite altéré recouvert par des basaltes du tertiaire inférieur.

Les affleurements ne sont pas nets. Les prélèvements ont été effectués sur "Eldon road" située sur le bord d'une retenue d'eau. Les échantillons sont de couleur jaune à rouge, à cause de la présence de  $Fe_2O_3$ .

Nous avons collecté :

1. granite altéré (lame mince n° 8154 N<sub>1</sub>)
2. granite non altéré (Lame mince n° 8154 N<sub>2</sub>)
3. argile kaolinique rouge
4. argile kaolinique jaune

### 3.3.8. Echantillons industriels

Ces échantillons nous ont été fournis à l'état de poudre blanche et sans renseignement quant-à leurs traitements. Ils sont utilisés dans l'industrie papetière . Ce sont :

1. Fuji
  2. kaolinite A
  3. kaolinite B
- } de Georgie

Nous avons par ailleurs étudié la viscosité de kaolinite utilisée dans l'industrie.

### 3.3.9. Les forages

La roche mère inaltérée ou peu altérée n'affleure pas systématiquement. Nous avons eu donc recourt aux forages effectués par le Département des Mines de Melbourne. Ces forages sont séparés par paroisse.

Nous avons étudié les carottes proches de nos prélèvement.

Pour Hallam, nous avons effectué une lame mince (8154, H<sub>6</sub>) provenant de la carotte 6 (Tabl. 1.8) située à proximité de la carrière (fig. 1.41).

N° carotte	Localisation cf. figure	Stratigraphie	Profondeur		épaisseur	
			ft	in	ft	in
6/8020	1.41.	argile brune	0	7	7	
		sable rouge grossier	7	25	18	
		sable jaune	25	33	8	
		granodiorite (lame mince)	33	40	7	

Tableau.8.- Carottes de la paroisse d'Eumemmering(Hallam)

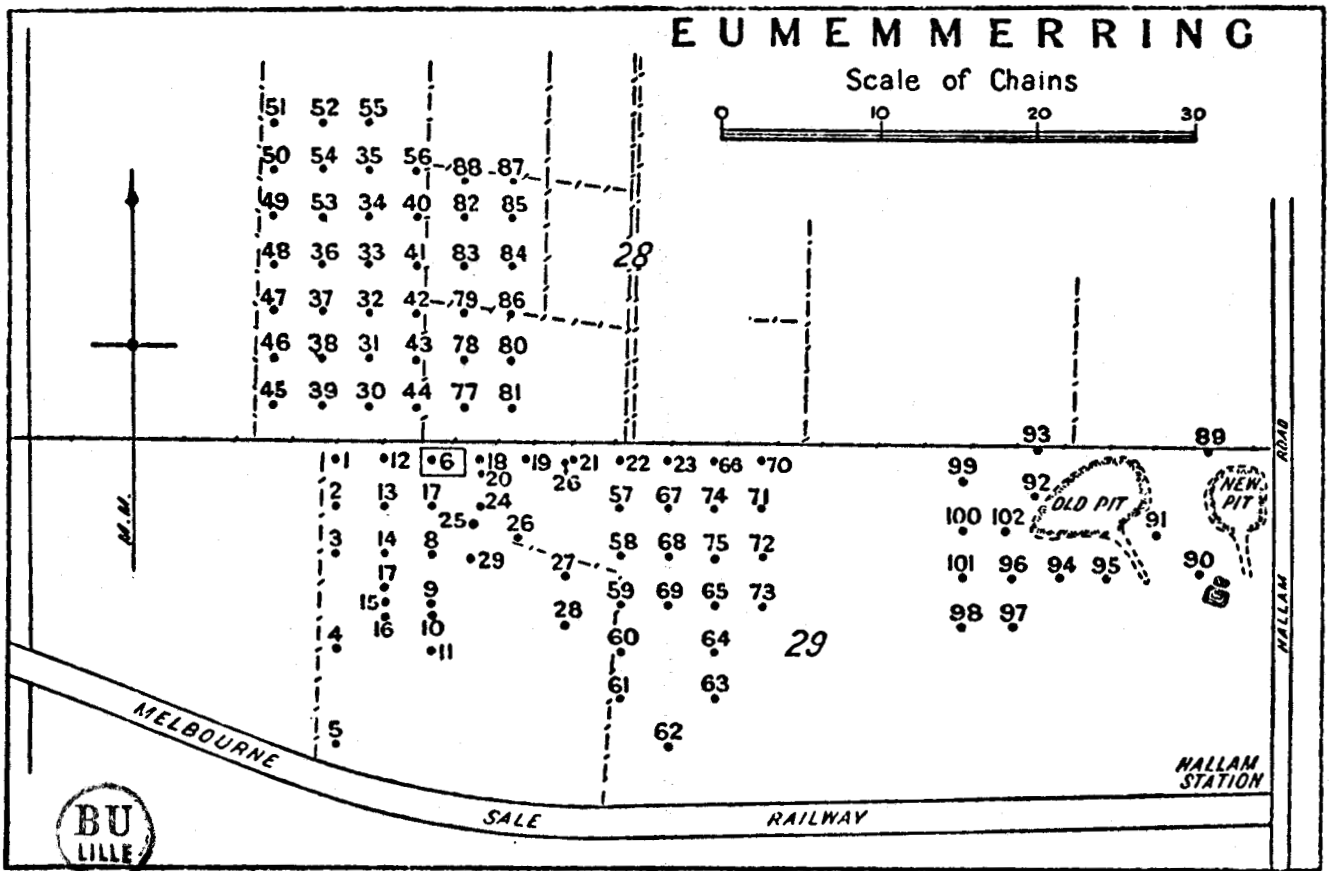


Fig.1.41-Forages de la paroisse d'Eumemmering(Hallam).

Pour Lal Lal, deux lames minces 8154/66 et 8154/70 ont été réalisées à partir des carottes 66 et 70 (Tabl. 1.9) repérées sur la figure 1.42.

### 3.2.6. Conclusion

Nous avons recueilli des échantillons provenant d'Hallam, Lal Lal, Pittong, Bulla, Pyalong, Neerim. Ces argiles kaoliniques résiduelles doivent avant toute étude, être débarrassées des autres minéraux en présence (feldspaths, ferromagnésiens, quartz).

N° carotte	Localisation	Stratigraphie	Profondeur		Epaisseur	
			ft.	in.	ft.	in.
66	cf. fig. 1.42	carrière			20	
		granite décomposé avec argile blanche	20	0	10	0
		granite décomposé avec coloration brune pâle	30	0	3	0
		granite décomposé jaune et brun	33	0	7	0
		granite décomposé avec argile blanche	40	0	2	0
		granodiorite décom- posée (gris)	42	0	91	0
		granodiorite grise (lame mince)	133	0	7	0
Profondeur du sondage					140	0
70	cf. fig. 1.42	granite décomposé: argile blanche avec taches jaunes	72	0	5	0
		granite décomposé à argile	77	0	28	0
		granodiorite décom- posée	105	0	65	0
		granite (lame mince)	170	0	2	0
Profondeur du sondage					172	0

Tableau 1.9.- Carottes de la paroisse de Lal Lal



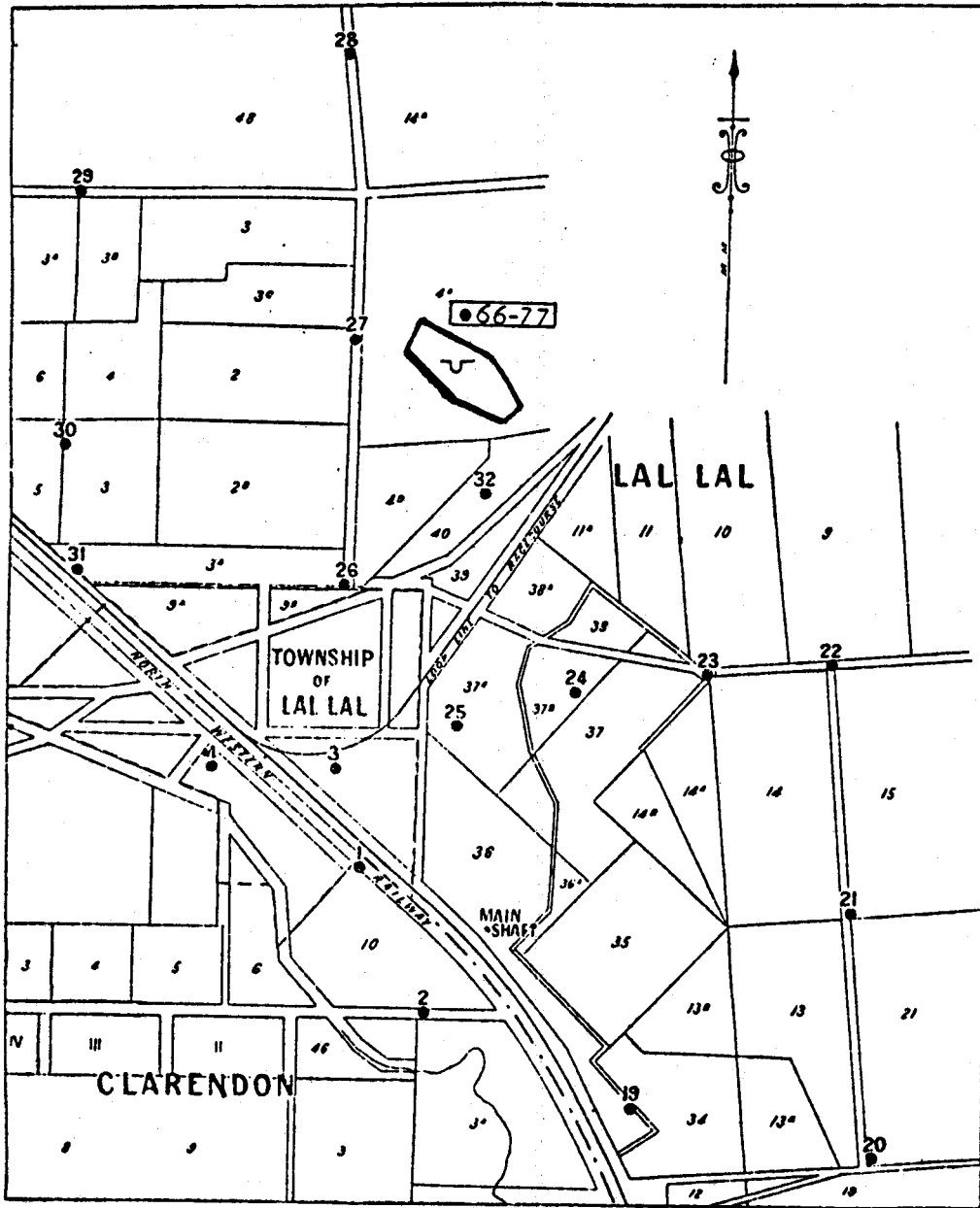


Fig. 1.42-Forages de la paroisse de Lal Lal.

## 2<sup>nd</sup> - Partie

Expériences et résultats

# Chapitre 1

## Préparation des échantillons



## I. PREPARATION DES ECHANTILLONS

Nous avons prélevé les échantillons, dans la majorité des cas, dans des carrières de kaolinite, en effectuant une coupe verticale. Nous avons donc récolté des échantillons (quelques kilogrammes) dans les parties supérieures (*top*), intermédiaire (*middle*) et inférieure (*bottom*).

Après avoir étudié ces échantillons bruts, nous effectuons, en laboratoire, la séparation qui nous permettra d'obtenir la fraction argileuse. Nous avons choisi de prélever les particules de taille inférieure ou égale à 5 microns<sup>+</sup>.

### I.1. SEPARATION

#### I.1.1. Généralités

La méthode utilisée pour isoler les argiles est celle de la sédimentation dans des suspensions aqueuses. Lorsque les particules ont un rayon très petit, nous avons recours à la centrifugation.

Un temps considérable est nécessaire avant qu'il y ait séparation des grains d'argile. Celle-ci est accélérée par un brossage à la main et l'addition d'un défloculant chimique (calgon = hexametaphosphate de sodium).

Cependant, des méthodes plus efficaces de dispersion, comme des traitements ultrasoniques peuvent être utilisées.

#### I.1.2. Séparation proprement dite

Elle utilise une méthode hydraulique classique basée sur la formule de Stokes<sup>++</sup>.

Pour déterminer les conditions du prélèvement des particules (température, temps de repos, niveau de siphonage), nous nous servons d'une échelle établie par CROWTHER (KRUMBEIN, 1938).

Nous renouvelons trois ou quatre fois l'opération de prélèvement en rajoutant à chaque fois de l'eau et en mélangeant, de manière à récupérer la majorité des particules inférieures ou égales à 5 microns.

---

La zone de dimension des charges qui intéresse le couchage est comprise entre 0,1 et 30 microns. Notre choix de comparer les particules inférieures à 5 microns correspond à une convention australienne.

Formule en annexe III.

Echantillon brut 1000g	Résidu du tamis ( n° 100) g	Résidu de la sédimentation g	Kaolinite ≤ 5 microns g	Perte g
Hallam top	341,24	n-d	226,67	-
"	341,23	241,48	257,03	160,26
"	323,69	296,76	263,15	116,40
middle	332,68	n-d	318,23	-
bottom	347,14	259,26	257,24	145,36
bottom rouge	335,62	288,81	233,66	121,92
non altéré (6) (500 g)	116,46	161,97	52,49	169,08
Lal Lal top	332,11	n-d	370,71	-
top blanc	327,39	284,00	282,49	106,12
middle	297,16	n-d	260,56	-
"	n-d	n-d	217,49	-
"	401,46	305,44	283,19	9,91
"	401,79	190,76	257,24	150,21
bottom	307,66	n-d	323,79	-
"stock pile"	301,33	248,52	277,30	172,86
Pittong top	n-d	n-d	268,73	-
middle	337,16	n-d	438,94	-
bottom	361,92	n-d	190,92	-
(3)	385,28	223,95	261,74	129,03
Bulla top (6)	326,73	366,61	146,82	159,84
middle (5)	301,77	256,29	242,60	199,34
bottom (4)	401,49	262,52	143,48	192,51
(7)	777,32	n-d	102,61	-
(1)	817,32	91,31	26,11	65,26
(1) (2000g)	1301,62	321,97	82,17	297,48
Pyalong (2)	477,43	193,71	46,13	282,73
(3)	443,48	199,51	171,70	185,31
(5) (500g)	188,97	43,11	90,94	176,98
Neerim (3)	648,93	52,85	5,67	292,55
(4)	497,73	186,49	53,74	261,64

Tableau 2.1 .- Résultats de la séparation



## I.2. METHODE PIPETTE

Pour déterminer la constitution granulométrique des échantillons sans procéder à une séparation complète, nous utilisons la méthode pipette.

Nous descendons l'orifice d'une pipette à une profondeur déterminée et nous prélevons un volume relativement faible à un temps de sédimentation déterminé toujours selon CROWTHER (KRUMBEIN, 1938) .

## I.3. CENTRIFUGEUSE

Pour isoler les cristallites d'argile de très petite taille, de l'ordre de  $0,5 \mu$  , nous utilisons la centrifugeuse qui permet de gagner beaucoup de temps.

Nous utilisons la loi de Stokes pour calculer le temps de la centrifugation.

Les temps requis par la centrifugeuse pour atteindre la vitesse souhaitée et pour s'arrêter, nous obligent à apporter deux corrections. Les calculs seront développés en annexe IV.

La méthode de centrifugation n'est pas absolument précise du point de vue quantitatif car de petites pertes de matières peuvent se rencontrer à toutes les étapes de l'étude. Cependant, la perte totale de la fraction argileuse ne dépasse pas 2 à 3 %.

## I.4. RESULTATS

A partir des échantillons bruts contenant outre la kaolinite, du feldspath, du quartz, des ferromagnésiens, nous avons réalisé plusieurs fractions de granulométrie différente. Les résultats sont reportés dans le tableau 2.1.

Le tamis (N° 100) a retenu les minéraux et agrégats de taille supérieure à 0,152 mm et les débris organiques (feuilles, racines). Cette fraction est toujours la plus importante.

La proportion de particules de taille inférieure à 5 microns obtenue par siphonage du mélange eau-kaolinite varie suivant les échantillons (Tabl. 4.2), le niveau de la coupe et la localisation dans la carrière. Les proportions les plus importantes sont obtenues pour Pittong middle et Lal Lal top et les plus faibles pour Bulla.

ECHANTILLON		POURCENTAGE DE PARTICULES $\leq$ 5 microns
1	Hallam top	23
	"	26
	"	26
2	middle	32
3	bottom	26
4	" rouge	23
	" non altéré(6)	5
5	Lal Lal top	37
	" blanc	38
6	middle	26
	"	22
	"	28
	"	26
7	bottom	32
	"stock pile"	28
8	Pittong top	27
9	middle	44
10	bottom	19
	(3)	26
11	Bulla top	15
12	middle	24
13	bottom	14
	(7)	10
	(1)	4
14	Pyalong (2)	5
	(3)	17
	(5)	18
15	Neerim (3)	1
	(4)	5



Tableau 2.2.- Pourcentage de particules inférieures ou égales à 5 microns.

La proportion de particules de taille inférieure à 0,5 microns (tableau 2.3) est très faible pour Bulla, Pittong, Lal Lal "stock pile" et Hallam top et middle. Hallam bottom présente une plus grande proportion de particule de cette taille qui diminue avec la présence de fer.

Dans le tableau 2.1, nous appelons "résidu de la sédimentation", la fraction inférieure à 0,152 mm qui n'a pas été siphonnée soit parce que les particules étaient supérieures à 5 microns, soit parce qu'ils étaient sous le niveau de prélèvement dès le départ de la sédimentation.

En ajustant le pH de la suspension de kaolinite d'Hallam bottom rouge dans l'eau à 4 et en ajoutant  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  à 5 %, nous obtenons le passage du fer ferrique au fer ferreux et donc le blanchiment de l'argile. La kaolinite ainsi traitée voit sa proportion de particules inférieures à 0,5 microns augmentée, les agrégats étant dissociés.

#### I.5. CONCLUSION

Les résultats granulométriques varient d'une façon disparate. (Fig. 2.1)

Peu de renseignements peuvent être tirés de cette étude. Notons cependant que Lal Lal top et Pittong middle qui présentent la plus forte proportion de particules inférieures à 5 microns sont les argiles les plus blanches du lot étudié. La blancheur d'une kaolinite est liée à la taille de ces particules, nous l'avons vu précédemment.

La présence de fer semble induire la formation d'agrégats argileux qui peuvent être dissociés par un traitement approprié.

Dans les expériences qui suivent, nous nous servons des fractions inférieures à 5 et 0,5 microns

Echantillon	% de particules ≤ 0,5 microns
1 <i>Hallam</i> top	9
2 { middle	6
"   "	7
3 { bottom	33
"   "	33,
4 " rouge	22
" rouge traité au $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$	35
5 <i>Lal Lal</i> top	31
6 middle	16
7 bottom	18
"Stock pile"	6
8 <i>Pittong</i> top	8
9 middle	11
10 bottom	12
11 <i>Bulla</i> top	4
12 middle	4
13 bottom	6



Tableau 2.3.- Pourcentage de particules inférieures ou égales à 0,5 microns (obtenu par centrifugation)

(MSE super minor centrifuge cat. n° 0100 Thomson & Mercer).

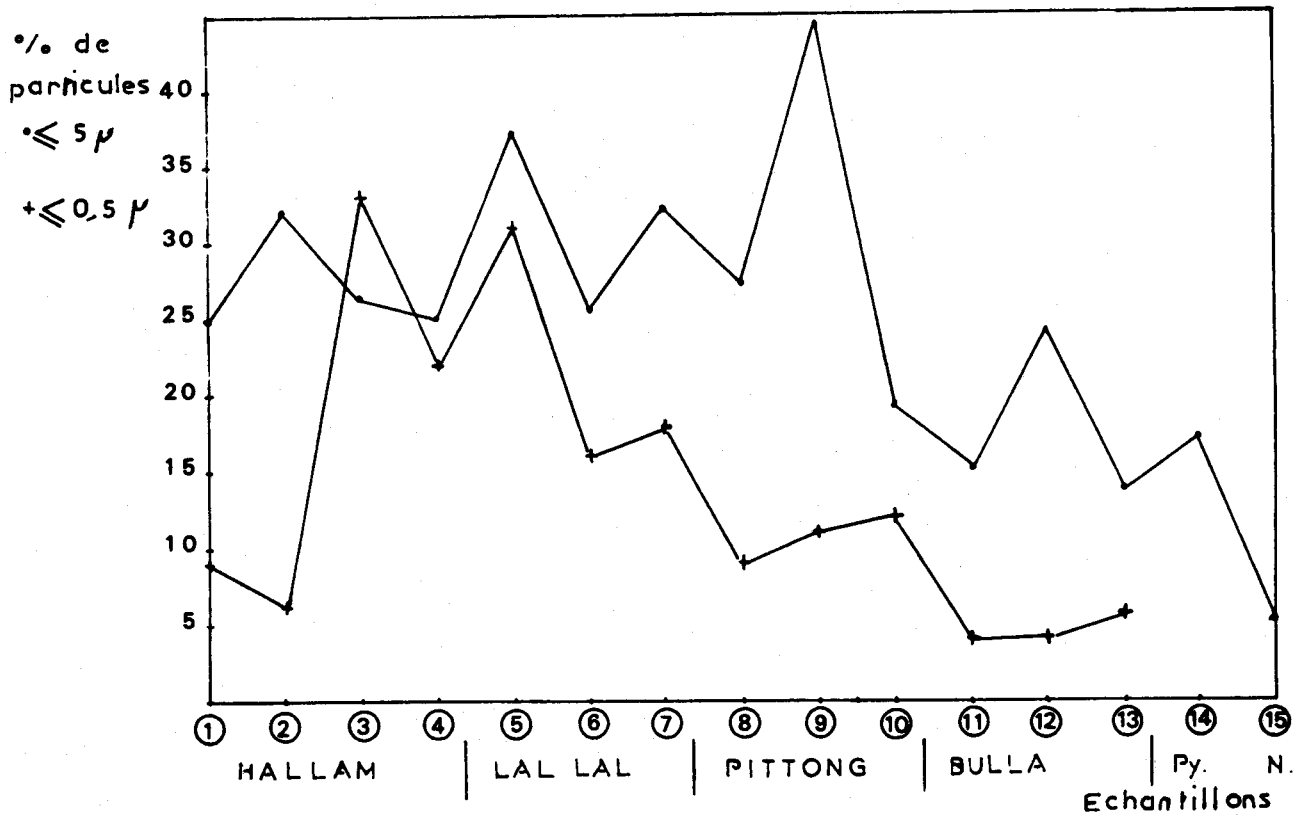


Fig. 2.1.- Proportion de particules inférieures à 5 et 0,5 microns.



# Chapitre 2

## La kaolinite



## 2. LA VISCOSITE DE LA FRACTION ARGILEUSE

### 2.1. INTRODUCTION

Pour pouvoir être utilisée dans l'industrie du couchage, la kaolinite doit posséder des qualités de blancheur, de non abrasivité et de facilité de mise en suspension.

Il y a deux explications pour la blancheur. D'une part, l'absence de matières organiques, d'impuretés et de  $Fe_2O_3$  et d'autre part, l'absence de défauts de cristallinité. DELON *et al* (1982) ont, en effet, mis en évidence une diminution de la blancheur de la kaolinite due à la présence de défauts de cristallinité.

L'abrasivité est liée à la présence de certains minéraux abrasifs comme le quartz ou le mica.

Nous déterminerons l'aptitude à la mise en suspension de la fraction argileuse par une étude de la viscosité du système eau-fraction argileuse et par l'appréciation des propriétés rhéologiques.

La viscosité d'un liquide est une indication de sa résistance à l'écoulement. Les propriétés rhéologiques donnent une indication de toutes les propriétés relatives à l'écoulement des pâtes et liquides non idéaux.

Ces qualités d'écoulement sont primordiales pour l'utilisation de l'argile dans le papier couché. En effet, la charge (ici du kaolin) dispersée dans l'eau forme un système (appelé slurry dans l'industrie papetière), dans lequel est inclus d'autres éléments (par exemple, des liants) et qui constitue la "sauce" de couchage. Cette sauce doit être concentrée et s'étaler facilement. Lorsqu'elle passe dans les machines à coucher, elle est soumise à des contraintes brutales et très fortes. La sauce, sous l'effet de telles contraintes, doit devenir fluide pour permettre un étalement régulier et égal en épaisseur sur la feuille support. Cette sauce doit, par ailleurs, redevenir visqueuse après étalement, pour permettre son adhésion à la feuille support.

Avant d'aborder l'étude de la viscosité du système eau-fraction argileuse, nous allons définir brièvement la viscosité et quelques aspects de la rhéologie.

La rhéologie étudie la déformation et l'écoulement des corps sous l'influence des contraintes qui leurs sont appliquées (PERSOZ, 1962).

Dans les différents domaines que couvre la rhéologie, à savoir la plasticité, l'élasticité et la résistance des matériaux.... nous ne nous intéresserons qu'à la rhéologie des suspensions aqueuses.

2.2. NOTION DE VISCOSITE

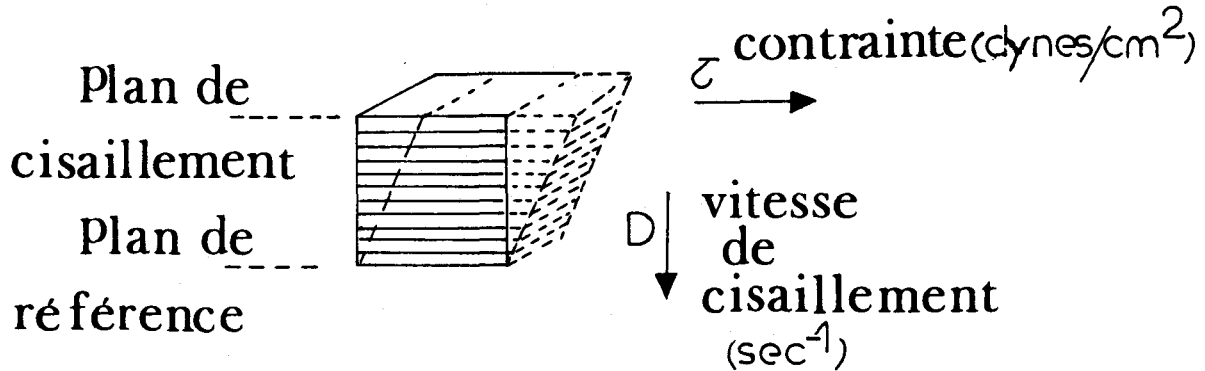
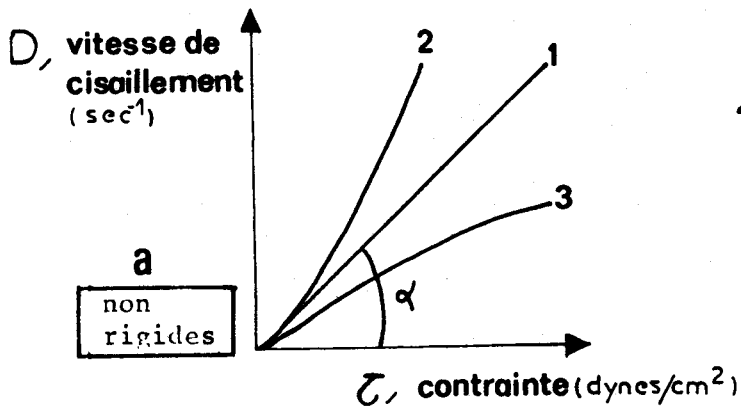


Fig. 2.2.- Ecoulement laminaire.  
Définition de la force de cisaillement (Dynes/cm<sup>2</sup>)  
et de la vitesse de cisaillement (sec<sup>-1</sup>).

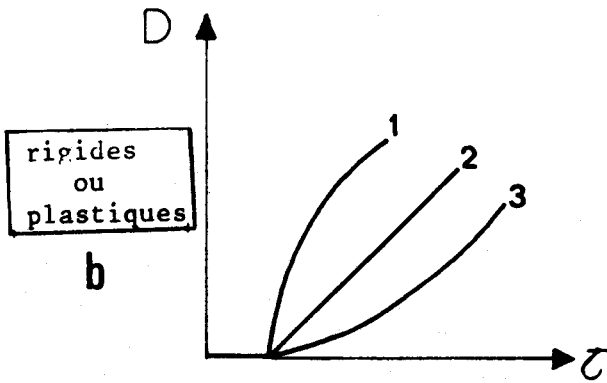
On suppose qu'un cube de matière (fig. 2.2) possède une surface fixe prise comme plan de référence. Une force parallèle à ce plan est appliquée. Un mouvement de la couche supérieure est induit dans la direction de la force. Par friction, les couches voisines se déplacent dans la même direction mais avec des vitesses qui décroissent jusqu'au plan fixe. Un gradient de vitesse perpendiculaire au plan de base s'établit. Ce gradient est appelé la vitesse de cisaillement et est représenté par D. La force parallèle appliquée  $\tau$  est appelée force de cisaillement ou contrainte.

Le comportement rhéologique d'un matériau à l'écoulement peut être décrit par la relation entre la force de cisaillement et la vitesse de cisaillement en résultant. Sur la figure 2.3. A et B, nous avons représenté graphiquement plusieurs relations de la contrainte ( $\tau$ ) en fonction de la vitesse de cisaillement (D). Nous avons envisagé

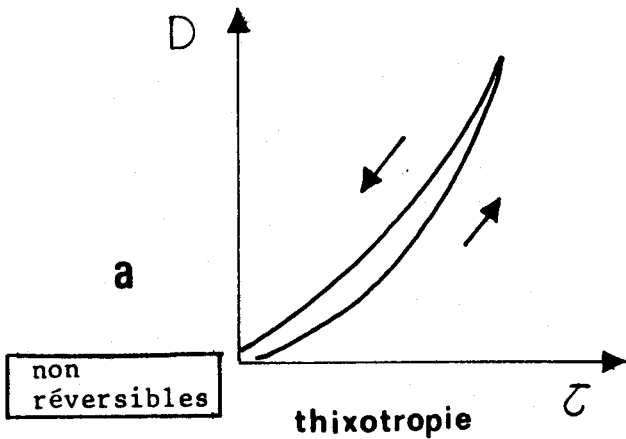


- 1 Newtonien
- 2 Pseudo-plastique
- 3 Dilatant

A. Courbes d'écoulement sans hystérésis



- 1 Dilatant
- 2 Bingham
- 3 Casson



B. Courbes d'écoulement avec hystérésis

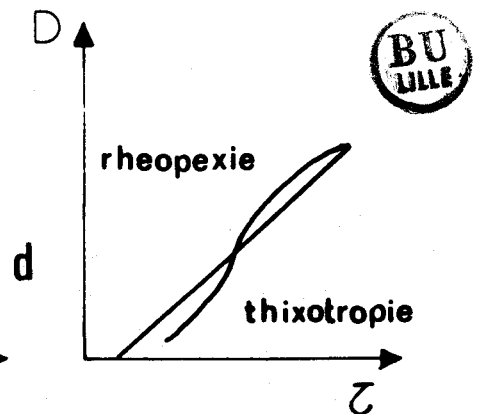
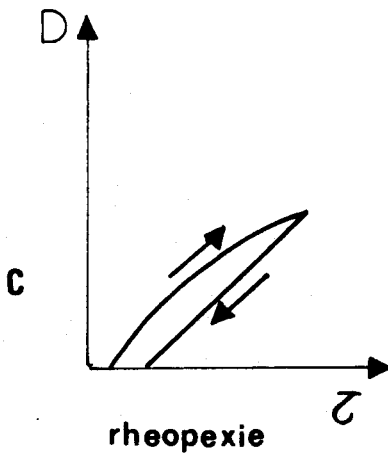
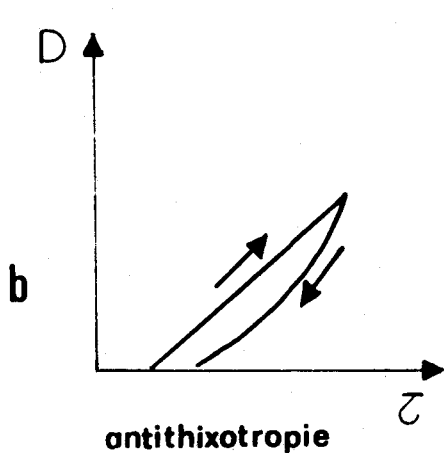


Fig.2.3.-Classification des fluides selon leurs propriétés rhéologiques.

plusieurs cas de figures :

A : corps sans hystérésis, avec

- a) types non rigides,
- b) types rigides ou plastiques

B : corps avec hystérésis.

Le cas le plus simple est celui représenté par la droite 1 des corps non rigides. Cette droite passant par l'origine caractérise un liquide newtonien. Il y a proportionnalité entre  $\tau$  et D, tel que  $\tau = \eta D$ . où  $\eta$  est appelé le coefficient de viscosité ou plus simplement la viscosité<sup>+</sup>. Sur le graphique  $\eta = \cotg.\alpha$ .

La plupart des liquides sont newtoniens c'est-à-dire que leur viscosité est indépendante de la contrainte appliquée.

Les autres fluides sont dits non-newtoniens. Parmi ces fluides non-newtoniens, on distingue d'une part ceux dont le diagramme force-écoulement est sans hystérésis et, d'autre part, ceux avec hystérésis. Parmi ceux du premier cas, se rencontrent les fluides non rigides qui s'écoulent dès l'action d'une force extrêmement faible. La courbe 2, représentent les fluides dits pseudoplastiques dont la viscosité diminue lorsque la contrainte appliquée augmente. La courbe 3 caractérise le rhéoépaississement. La viscosité apparente<sup>++</sup> du corps définie par  $\tau / D$  augmente avec D. Les suspensions présentant ce phénomène sont dites dilatantes.

Les corps qui ne s'écoulent qu'à partir d'une certaine contrainte  $\tau_c$  appelée seuil de contrainte ou yield-value, sont appelés rigides ou plastiques. Ces corps présentent au repos une structure rigide qu'il faut détruire avant qu'un écoulement soit possible. Trois cas de figures se rencontrent. L'écoulement représenté par la courbe 1 est très rare. La figure 2 qui montre un écoulement proportionnel à la contrainte à partir du seuil  $\tau_c$  est représentative d'un "plastique de Bingham". Le plastique

---

+ A l'heure actuelle, l'unité la plus utilisée pour la viscosité est le poise (dyne.sec cm<sup>-2</sup>) du système C.G.S. où  $\tau$  est exprimé en dynes / cm<sup>2</sup> et D en sec<sup>-1</sup>.

Dans le système international, la viscosité est exprimée en Poiseuille (Pl) ou N.sec. m<sup>-2</sup>. La viscosité de l'eau à 20°C est d'environ 0,01poise, 1 centipoise ou 10<sup>-3</sup> Poiseuille.

++ Nous utilisons le terme de viscosité apparente pour les liquides non newtoniens. L'adjectif ne veut pas dire que la viscosité mesurée est une valeur illusoire mais plutôt qu'elle correspond à une vitesse de cisaillement donnée.

de Bingham et le plastique selon Casson représenté par la courbe 3, sont deux cas fréquents.

Sur la figure précitée, la courbe représentative du plastique de Bingham est simplifiée. Telle qu'elle est représentée, c'est celle d'un fluide idéalement plastique. A partir du seuil de contrainte  $\tau_c$  la vitesse de cisaillement est proportionnelle à la contrainte, la viscosité  $\eta$  (ou  $\cotg. \beta$ ) est constante et le comportement de l'écoulement obéit à l'équation  $\tau - \tau_c = \eta D$ . Le viscosité apparente définie par le rapport de la contrainte par la vitesse de cisaillement à chaque point de la courbe décroît lorsqu'on augmente la contrainte.

L'écoulement de Bingham montre, comme sur la courbe ci-dessous, un début non linéaire, à concavité tournée vers le haut. Cet écoulement est très fréquent dans les systèmes dispersés.  $\tau_B$  est appelé seuil de Bingham. La partie linéaire de la courbe obéit à l'équation  $\tau - \tau_B = \eta D$ .

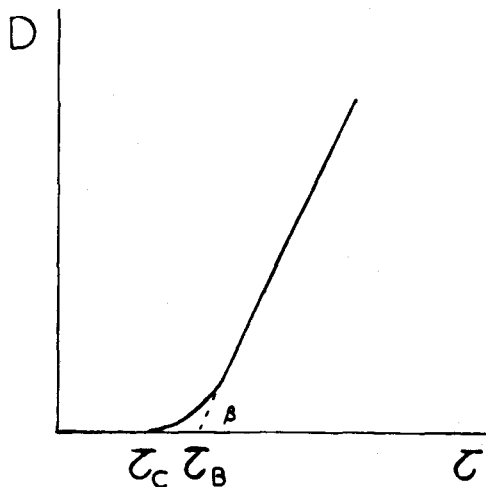


Fig. 2.4.- Ecoulement plastique de Bingham

Sur la figure 2.3.B sont représentés les corps présentant un hystérésis. Ces corps dépendent de la vitesse à laquelle on fait croître D.

Lorsque la contrainte de cisaillement cesse, la structure d'un produit désorganisé par cette contrainte peut ne pas se reformer (fig. 2.5a), ou se reconstituer après un temps plus ou moins long (b).

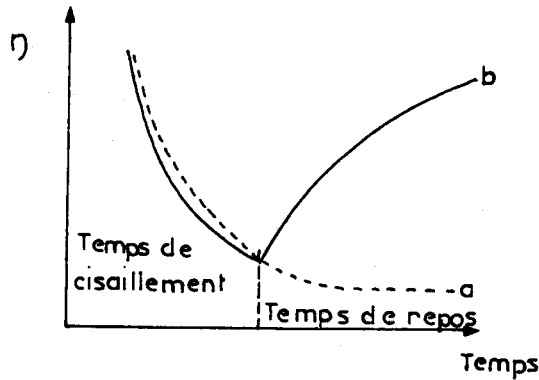


Fig. 2.5.- Comportement d'un produit lorsque la contrainte de cisaillement cesse

En revenant aux courbes de contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement, nous distinguons plusieurs cas. Le plus fréquent est celui des suspensions thixotropes<sup>+</sup>. La thixotropie fut d'abord définie comme la propriété de certains corps de se gélifier après agitation et ceci d'une façon indéfinie.

Par extension, un corps est dit thixotrope (ou thixotropique) lorsqu'il présente un graphique tel que celui "a" de la figure 2.3.B, même s'il ne donne pas un gel au repos.

Quelques cas plus rares sont représentés sur les figures b, c, d. La courbe de retour se trouve sous la courbe d'aller. La rhéopexie est la propriété de retourner à l'état de gel ou de s'épaissir plus rapidement sous agitation faible qu'au repos.

Toutes les représentations du comportement rhéologique que nous venons de voir ne sont applicables que pour un écoulement dit laminaire. Pour des grandes vitesses de cisaillement, l'écoulement laminaire est perturbé et un écoulement dit turbulent apparaît. Ces turbulences dépendent de la forme du récipient de mesure et du rapport de l'inertie et des forces de friction à une certaine vitesse. Ce rapport est appelé nombre de Reynolds.

---

(+) du grec thixis "action de toucher" et tropie "changer".

### 2.3. EXPLICATIONS DES PROPRIETES RHEOLOGIQUES DES SUSPENSIONS ARGILEUSES

Les suspensions argileuses présentent des propriétés rhéologiques que WEYL (1959) attribue à quatre facteurs :

1. la dimension des particules argileuses qui les fait appartenir au domaine colloïdal,
2. la forme des cristaux qui présente des directions de croissance privilégiées,
3. La composition chimique et la structure cristallographique à base de tétraèdres  $\text{SiO}_4$  et d'octaèdres  $\text{AlO}_6$ .
4. La structure du milieu dispersant, l'eau, qui forme un film rigide fixé sur la surface des cristaux d'argile.

#### 2.3.1. Taille des particules

Les argiles par leur petite taille sont des colloïdes. Elles forment des systèmes hétérogènes dispersés. Les particules dispersées sont chargées électriquement. Il est facile de s'en rendre compte en faisant passer le courant électrique à travers les solutions. La charge électrique ayant le même signe pour toutes les particules d'un colloïde donné, celles-ci se repoussent les unes les autres et restent en suspension dans le milieu dispersant. L'origine de la charge est expliquée par l'adsorption par les particules dispersées de divers ions contenus dans les solutions.

La particule présente aux sommets une saturation incomplète de valences. A ces niveaux s'accumulent les ions adsorbés qui peuvent être des cations communiquant une charge positive à la particule dispersée et formant la couche dite de diffusion. Les cations peuvent être remplacés par des anions par exemple  $\text{Cl}^-$ ,  $[\text{SO}_4]^{2-}$  qui ont la possibilité d'être hydratés.

Ces phénomènes d'adsorption se produisant au niveau des surfaces, les particules d'argile sont souvent caractérisées par la mesure de la surface spécifique. Cette surface s'exprime en aire par unité de poids ou encore par unité de volume. Elle s'accroît rapidement en fonction du degré de dispersion de la matière.

### 2.3.2. Forme des particules

Quand des particules non sphériques comme les argiles sont ajoutées à une phase liquide, les déviations à partir de l'écoulement newtonien sont plus prononcées que lorsque les particules sont sphériques. Le degré d'écoulement est influencé par la résistance des molécules d'eau et par les particules non sphériques qui doivent se mouvoir avec l'eau.

### 2.3.3. Composition chimique et structure cristallographique

La charge de surface peut provenir de la constitution chimique des couches de surface du réseau de la particule elle-même. Cette charge négative résulte donc d'une substitution isomorphique d'un certain nombre d'ions  $\text{Si}^{4+}$  remplacés par des ions  $\text{Al}^{3+}$  au niveau des couches tétraédriques ou d'un remplacement des ions trivalents  $\text{Al}^{3+}$  par des ions bivalents  $\text{Mg}^{2+}$  ou  $\text{Fe}^{2+}$  dans la couche octaédrique.

Les groupements Si-O placés en surface des particules peuvent subir de la part du milieu aqueux des hydroxylations et des dissociations ultérieures provoquant des charges négatives. Les groupements Al-OH peuvent agir comme des sites basiques, entraînant des charges positives. Il peut y avoir rupture des liaisons Si-O ou Al-OH. Ces émergences de cations Si et Al, créent des charges de bord. Les bords et faces d'un cristallite d'argile peuvent posséder des charges de signe opposé et créer des associations bord-face. Des associations face-face et bord-bord peuvent aussi se rencontrer. Dans le cas des associations face-face, on peut imaginer que pour les minéraux à deux couches (kaolinite), la partie supérieure étant composée de tétraèdres et la partie inférieure d'octaèdres, des charges de signes opposés s'observent sur les faces.

### 2.3.4. Dispersion électrochimique des particules

Les particules en suspension dans l'eau sont soumises à des forces attractives du type Van der Waals, à des forces électrostatiques qui varient inversement avec le carré de la distance entre les particules. Par ailleurs des particules, chargées par le même signe, peuvent subir par la présence d'autres ions, une attraction parasite qui varie inversement avec le carré de la distance entre les particules. La résultante (figure 2.6) est la somme de toutes ces contributions. Elle dépend des distances auxquelles les particules se trouvent.



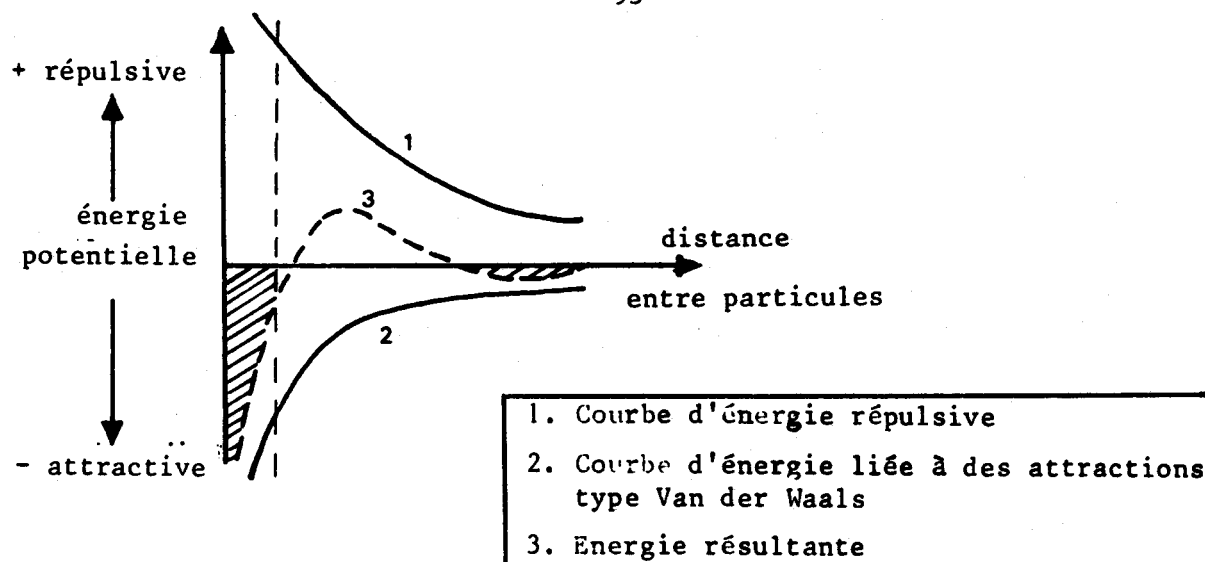


Fig. 2.6.- Energie potentielle d'interaction particule-particule

Des particules, ayant le même signe, peuvent s'associer lorsqu'elles se trouvent dans les zones représentées en grisé sur la figure 2.6.

Cette association provoque la floculation de la suspension.

A de fortes concentrations de la suspension, les particules sont suffisamment proches pour permettre des interactions de type électrique. Ces interactions créent de sérieuses résistances à l'écoulement. Pour cette raison, le degré d'écoulement pour une suspension diminue lorsque la concentration de la matière augmente. Par ailleurs, la concentration de la suspension permet la constitution d'agrégats de particules liées entre elles d'une façon très rigide. Ceci explique donc l'existence d'un seuil de contrainte. Cette valeur du seuil de contrainte ( $\zeta_c$  sur la figure 2.7) représente la résultante des forces nécessaires pour détruire la liaison entre deux particules et au nombre de telles liaisons par unité de volume.

Le comportement rhéologique d'une suspension floculée est du type écoulement de Bingham (courbe 3). Lorsqu'on y ajoute un dispersant, le seuil de contrainte diminue et la courbe d'écoulement prend la position 2, puis finalement elle peut atteindre la position 1. A ce point, l'écoulement de Bingham est pratiquement devenu newtonien. La défloculation entraîne une réduction du seuil de contrainte plutôt qu'une diminution de la viscosité.

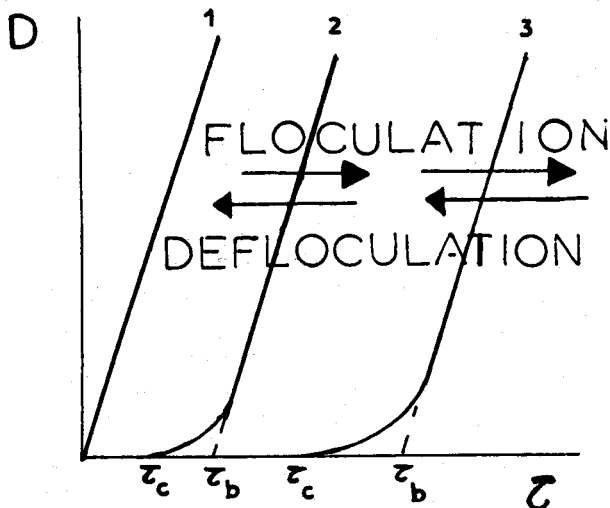
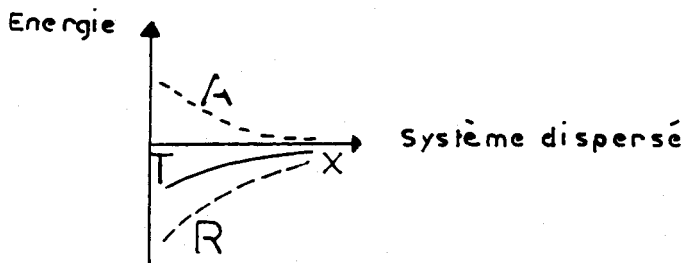
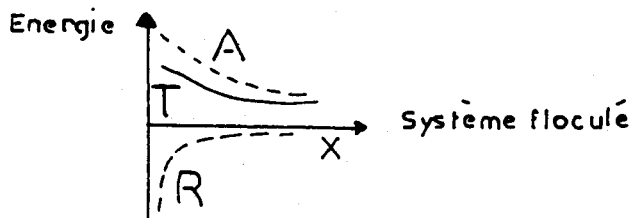
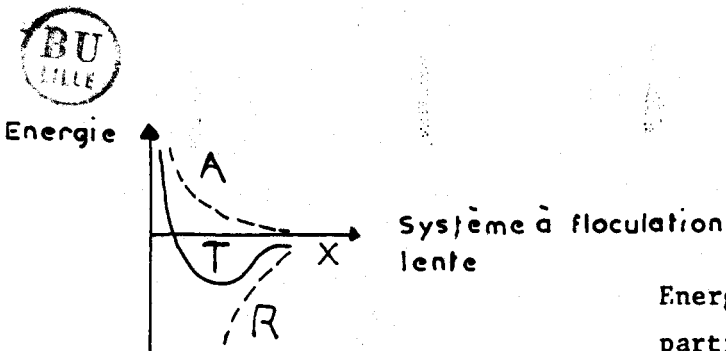


Fig.2.7.- Effet de la floculation sur le comportement rhéologique d'une suspension aqueuse.

Sur la figure suivante, sont représentés différents cas d'interaction particule-particule en fonction de la distance interparticules (x). Dans le système floculé, l'énergie résultante reste une attraction. Dans le système défloculé ou dispersé, la résultante est une répulsion. Enfin, le système à floculation lente est un cas intermédiaire.



A : Energie d'attraction de Van der Waals  
 R : Energie de répulsion coulombienne  
 T : Energie résultante



Energie potentielle d'interaction particule-particule (d'après VAN DER POORTEN *et al*, 1978).



2.3.5. Structure de la surface de séparation entre particules et milieu de suspension

Les ions  $\text{OH}^-$  adsorbés en certains endroits de la surface de l'argile constituent une couche très fortement liée à cette argile. Nous avons schématisé dans la figure 2.9 la particule d'argile entourée d'un film d'eau ("couche diffuse de GOUY"),

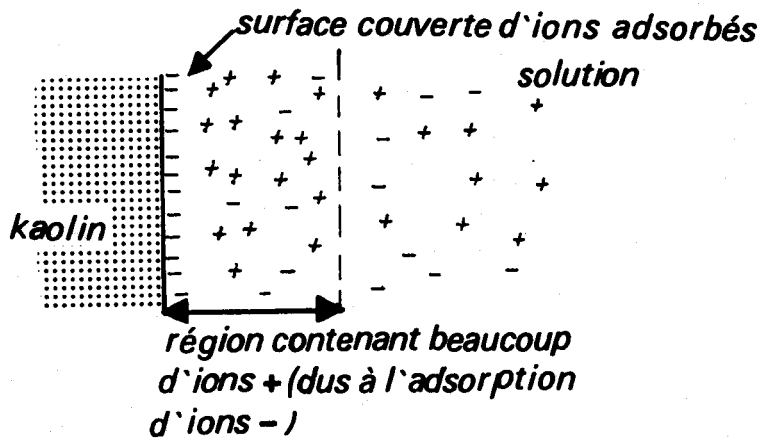


Fig. 2.9.- Structure de la surface de séparation entre particules et milieu de suspension (d'après JAUSSAUD, 1974).

Les ions  $\text{OH}^-$  adsorbés par la particule de kaolin ont leur charge annulée par des ions positifs appartenant au milieu environnant.

Ces ions se répartissent de façon décroissante dans le film d'eau jusqu'à un point P où la charge moyenne de la particule sera nulle (P : point isoélectrique). Suivant la nature des ions, l'épaisseur de la "couche d'eau diffuse" autour de la particule et du point P variera.

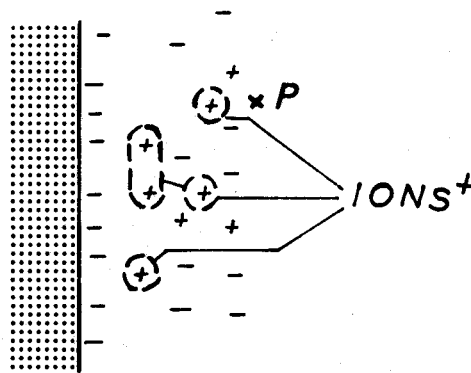


Fig. 2.10.- Définition du point isoélectrique (d'après JAUSSAUD, 1974).

Sur les figures 2.11 a et b, nous voyons la distribution du potentiel électrique  $\Psi$  en fonction de la distance  $X$  comptée dans la solution à partir de la surface de la particule.

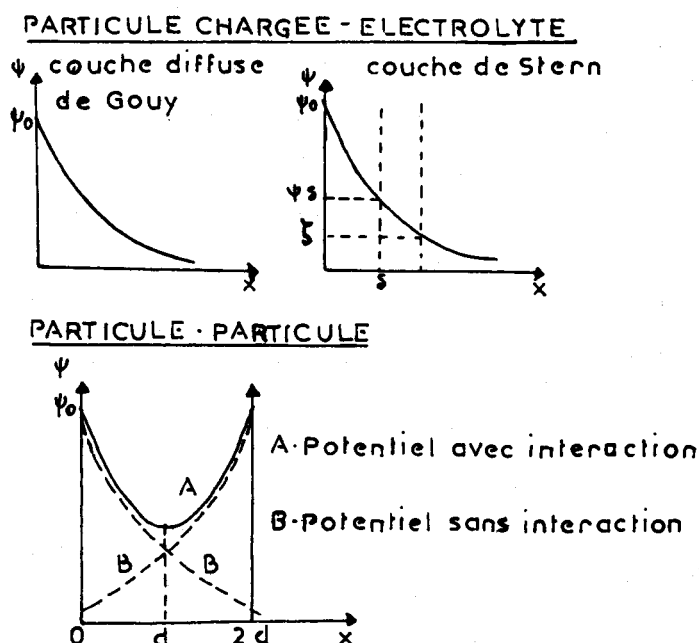


Fig. 2.11a - Interactions électrostatiques  
(d'après VAN DER POORTEN, 1978)

En solution relativement concentrée, le modèle de STERN tient compte d'un plan  $\delta$  de moindre approche des ions hydratés.

Le "potentiel électrocinétique ou potentiel zéta" correspond à la chute de potentiel dans la couche diffuse qui entoure une particule en suspension. Il représente la charge électronégative adsorbée par les particules en suspension. Un potentiel négatif assure une dispersion stable. Ce potentiel se calcule à partir de la formule suivante (Helmholtz) :

$$\zeta \text{ potentiel zéta} = \frac{4 \pi e d}{D}$$

où  $e$  = charge électrique associée à la particule

$d$  = épaisseur de la double couche

$D$  = constante diélectrique du milieu

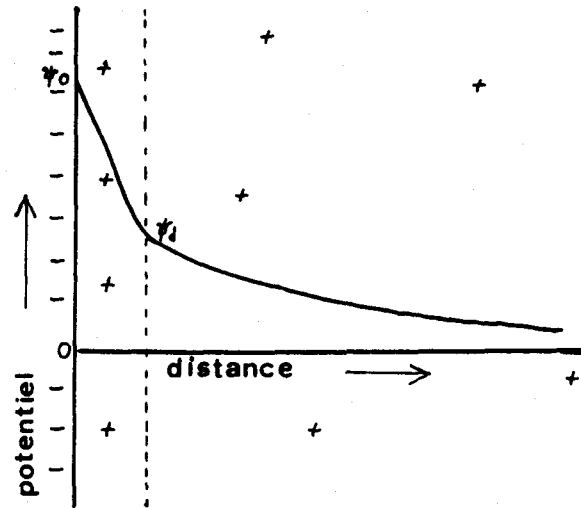


Fig. 2.11b Distribution des ions sur une particule chargée

La ligne verticale sur la gauche du diagramme représente la limite de la surface du solide (argile), en contact avec l'eau.

Les ions positifs sont distribués comme le montre la figure 2,11b.

Le potentiel électrique est reporté sur le même diagramme en fonction de la distance de la surface du solide.

$\psi_0$  = potentiel à la surface

$\psi_d$  = potentiel de Stern

Si nous revenons à la figure 2.11b, nous notons qu'il y a répulsion entre les particules chargées d'électricité de même signe. Cependant, en fonction de l'augmentation de la concentration des suspensions, les doubles couches s'interpénètrent et il peut y avoir modification de l'énergie d'interaction.

2.3.6. Stabilisation des dispersions en fonction des ions contenus dans le milieu

Considérons, par exemple, des particules de kaolinite dans l'eau. Les charges  $H^+$  d'annulation se trouvent à l'intérieur de la couche d'eau diffuse." La tendance à la floculation est forte.

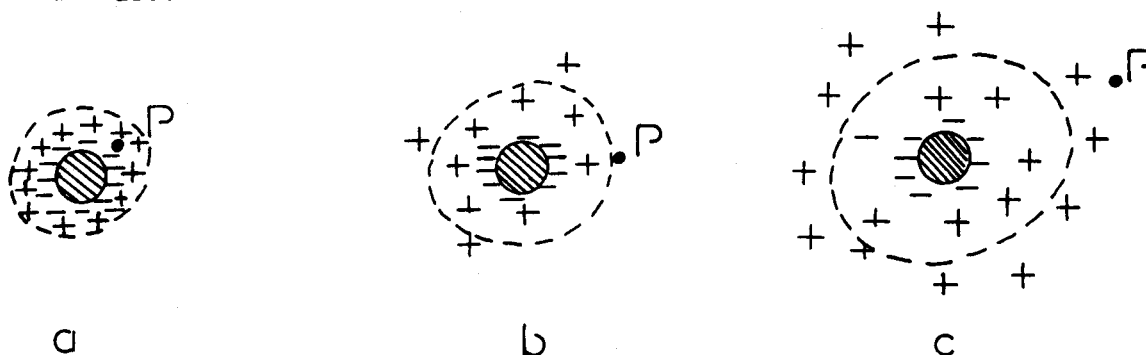


Fig. 2.12.- Dimension d'un film d'eau entre des particules de kaolin (d'après JAUSSAUD, 1974)

L'introduction dans l'eau d'ions positifs comme  $Na^+$  entraîne une réaction d'échange entre  $H^+$  et  $Na^+$  et la particule  $OH^- H^+$  devient particule  $OH^- Na^+$ . Avec ces ions  $Na$ , la dimension du film d'eau s'accroît donc la distance entre les particules augmente et le potentiel zéta augmente (fig. 2.12b).

L'introduction d'ions  $Na^+$  en quantité croissante permet le remplacement de tous les ions  $H^+$  par des ions  $Na^+$  puis lorsque la réaction d'échange est terminée, le pH du milieu s'élève à cause de la présence d'ions  $OH^-$  libres.

Sur la figure c, la distance d'équilibre entre les particules est maximum, le potentiel est élevé. Il existe au sein de la suspension de faibles forces mécaniques. La suspension est à son maximum de dispersion et de stabilité. Si nous continuons à ajouter  $Na OH$ , les ions  $Na^+$ , en excès, pénétreront dans le film d'eau et neutraliseront une partie des ions  $OH^-$  préférentiellement adsorbés. De ce fait, le potentiel électrique de la particule diminuera et la dispersion sera moins bonne.

Notons, que pour tout agent dispersant utilisé, il faut trouver la dose conduisant à un maximum de dispersion, donc à un minimum de viscosité.

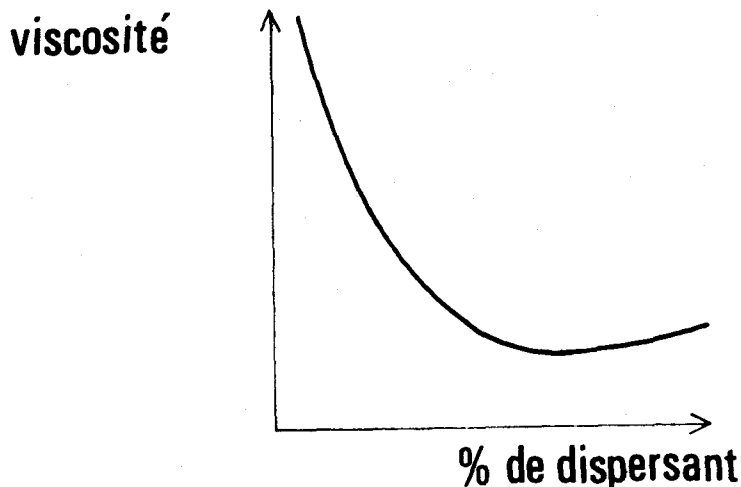


Fig. 2.13.- Quantité optimum de dispersant

Un excès de dispersant fait croître la viscosité par refloculation de la dispersion, mais en présence d'un excès d'ions  $OH^-$  apportés par la base, cette refloculation est beaucoup plus importante.

2.3.7. Relations entre le comportement rhéologique des particules et leurs interactions



Différents auteurs ont proposé des théories pour déterminer ces relations. CROSS (1965) considère que la viscosité apparente, déterminée à partir du diagramme force de cisaillement - vitesse de cisaillement, est proportionnelle au degré de structuration du système. Cette structuration étant constituée par la formation de chaînes de particules dont la longueur est définie pour chaque vitesse de cisaillement. Cette formation est indépendante de la vitesse de cisaillement (donc causée uniquement par le mouvement brownien). Alors que la déformation est due à la fois au mouvement brownien et à l'action du champ de cisaillement, CROSS arrive ainsi à une équation <sup>+</sup> qui coïncide avec les expériences réalisées par HUNTER (1963).

MICHAELS et BOLGER (1962) considèrent que les particules au repos sont associées à une structure solide à trois dimensions communément appelée en "château de cartes". Cette structure est schématisée sur la figure 2.14.

Rélation de CROSS

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{k_0}{k_0 + k_1 D^{2/3}}$$

où  $\eta_0$  = viscosité apparente au cisaillement zéro

$\eta_{\infty}$  = " " " " infini

$k_0$  = constante pour la formation due au mouvement Brownien

$k_1 D^{2/3}$  = constante de vitesse pour la destruction causée par le cisaillement

D = vitesse de cisaillement

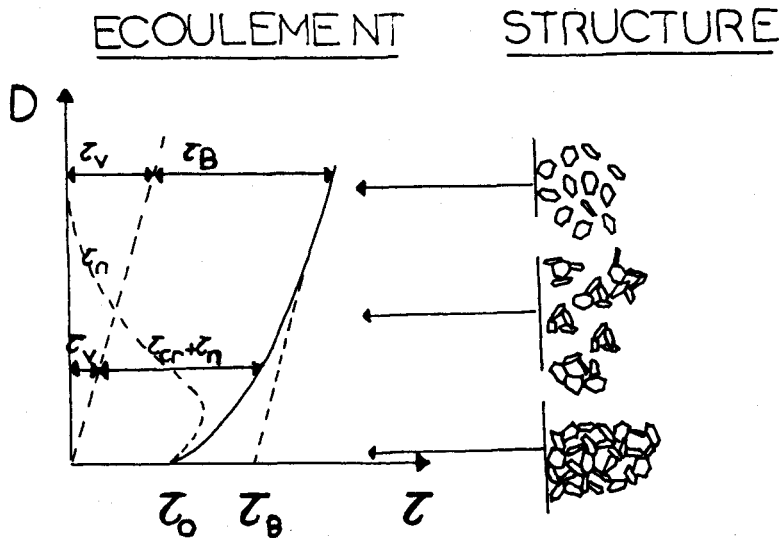


Fig. 2.14.- Courbe d'écoulement fonction de la structure (d'après MICHAELS et BOLGER (1962))

Sous l'effet d'une vitesse de cisaillement  $D$  croissante, la structure rigide se disloque en agrégats de plus en plus petits, ce qui a pour effet de diminuer la viscosité apparente. A partir d'une certaine valeur de la vitesse de cisaillement, seules les particules interagissent encore, la viscosité reste constante.

Sur la figure 2.14, reproduisant l'écoulement en fonction de la structure,  $\tau_0$  représente le seuil de cisaillement,  $\tau_B$  le seuil de Bingham obtenu par extrapolation de la courbe dès que celle-ci est linéaire. MICHAELS et BOLGER introduisent différentes énergies expliquant cet écoulement. L'énergie  $E_v$  nécessaire pour maintenir le flux visqueux laminaire d'une suspension constituée de particules sans interaction. L'énergie  $E_{CR}$  utile pour séparer des particules accolées par l'action du champ de cisaillement, l'effet brownien faible étant négligé. L'énergie  $E_N$  qui fixe la structure en château de cartes et assure la rigidité. Cette énergie  $E_N$  est à l'origine du seuil  $\tau_0$ .

Les auteurs précités déterminent  $E_v$  par une relation.<sup>+</sup>

$$^+ E_v = \tau_v D = \eta_\infty D^2 = D^2 \eta_s (1 + k \phi)$$

où  $\eta_s$  = viscosité du milieu

$\phi$  = fraction de volume des particules

$\tau_v$  = partie de la force de cisaillement qui sert à maintenir le flux visqueux

$k$ , constante = 10



L'énergie de glissement  $E_{CR}$  est calculée aux faibles vitesses en partant de l'hypothèse que les agrégats ne s'accolent que lorsqu'ils entrent en collision et que le nombre d'interactions entre particules primaires augmente avec le rapport volume-surface. Aux hautes valeurs de la vitesse, chaque collision résulte d'une seule interaction par particule.

L'énergie  $E_N$  a une grande importance aux faibles vitesses de cisaillement. Elle devient négligeable avec l'augmentation de D.

L'énergie totale de dissipation durant le flux peut s'écrire :

$$E = E_V + E_{CR} + E_N \quad \text{ou encore } E = D (\tau_V + \tau_{CR} + \tau_N)$$

Pour les fortes valeurs de D,  $\tau = \tau_V + \tau_B$  où  $\tau_B$  est le seuil de Bingham.

MICHAELS et BOLGER ne tiennent compte que de l'interaction de Van der Waals entre deux particules sphériques.

HUNTER et FRIEND (1971) tiennent compte des interactions électrostatiques pour définir  $\tau_B$  et déterminent une équation reliant  $\tau_B$  au potentiel zeta pour des suspensions instables.

Aux faibles valeurs de la vitesse de cisaillement, les équations de CROSS, vues plus haut, interprètent correctement les phénomènes rhéologiques, alors qu'aux vitesses élevées, le modèle de MICHAEL et BOLGER donne de meilleurs résultats.

Ces équations sont utilisables pour des particules sphériques. Or les particules d'argile sont asymétriques, leur spectre granulométrique est large, les charges de surface sont différentes sur les bords et les faces, le rayon des particules n'est pas connu et la surface d'interaction est arbitraire. HUNTER et FRIEND (1970) ont amélioré le modèle. A partir de ce modèle, NICOL et HUNTER ont interprété la variation du seuil de Bingham  $\tau_B$  en fonction du pH. Aux pH très acides, les particules présentent un dipôle très prononcé, la structure en château de cartes se crée par association des bords positifs

---


$$\tau_B = \frac{3 \phi^2}{2 \pi^2 a^3} E_s$$

a = rayon des particules

E s = énergie nécessaire pour séparer deux particules

$\phi$  = fraction de volume des particules

et des faces négatives. Lorsque le pH augmente, les bords perdent leur caractère positif, ce qui provoque une expansion des agrégats, et donc une augmentation du seuil  $\tau_B$ .

Aux pH supérieurs à 7, il y a neutralité, augmentation des forces de répulsion. Les chaînes cassent rapidement sous l'effet du cisaillement et le seuil de contrainte de Bingham  $\tau_B$  diminue. Aux pH très basiques, seules les particules interagissent encore et  $\tau_B$  devient très petit.

Nous tiendrons compte de ces données théoriques pour interpréter les courbes d'écoulement obtenues à partir de nos échantillons argileux.

#### 2.4. MESURE DE LA VISCOSITE

Aux charges minérales, destinées au couchage, sont ajoutés d'autres produits pour former la sauce de couchage. Les formules<sup>+</sup> de ces sauces sont empiriques et donc très variables. Il faut, par conséquent, mesurer la viscosité des mélanges eau-charge minérale plutôt que celle des sauces. Les systèmes eau-charge minérale se comportent rarement comme des liquides newtoniens où il y a proportionnalité entre force et vitesse d'écoulement. Il n'est pas possible d'utiliser des appareils simples qui mesurent, soit le débit du fluide à travers un capillaire, soit la vitesse de déplacement d'une bille dans le milieu visqueux.

Dans l'industrie, la viscosité est mesurée à partir d'un viscosimètre rotatif Brookfield. On fait tourner à une vitesse donnée un solide dans un fluide et on mesure le couple résistant. (fig. 2.15)

Les résultats sont présentés de façon à donner les valeurs de viscosité pour 2 vitesses de cisaillement, par exemple 10 et 100 tours/minute. Par ailleurs, une courbe de la contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement appelée rhéogramme, est tracée, pour mettre en évidence les propriétés rhéologiques du mélange (dilatance, thixotropie, etc...).

---

+ Exemple d'une formule de sauce de couchage (JAUSSAUD, 1974) :  
100 kg de kaolin (+ dispersant + eau le moins possible)  
15 kg de dextrine  
3 kg de latex

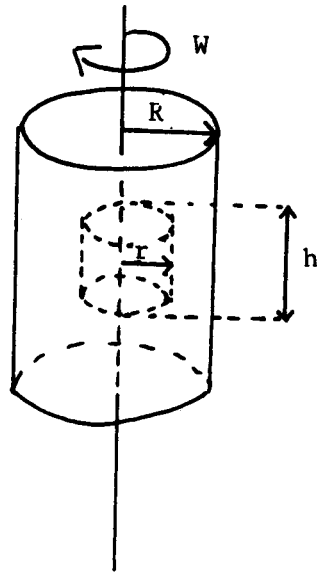
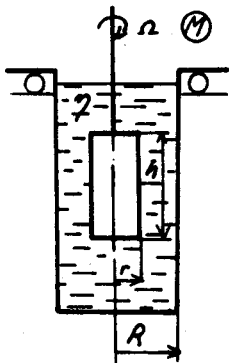


Fig. 2.15 viscosimètre Brookfield

Pour étudier les systèmes eau-argile, nous analyserons précisément la fonction écoulement-forcée de cisaillement. Pour cela, nous imposerons une vitesse de déformation qui est la même en tous points du liquide grâce à un viscosimètre à cylindres coaxiaux. Le liquide à étudier emplit l'espace compris entre deux cylindres coaxiaux dont l'un tourne (rotor), l'autre restant fixe (stator). Le rapport entre le moment <sup>+</sup> du couple transmis par le liquide d'une pièce à l'autre et la vitesse de rotation de la pièce mobile fournit une mesure de la viscosité à une constante géométrique près.



$\Omega$	vitesse angulaire du pendule ( $s^{-1}$ )
M	Torque (dyne. cm)
$\eta$	Viscosité dynamique ( $dyne \cdot s/cm^2$ )
h	hauteur du pendule
R	rayon de la coupe
r	rayon du pendule

Fig. 2.15bis.- Schéma simplifié du pendule (ROTOR) et de la coupe (STATOR)

+ Voir détails en annexe.

Vitesse	tours/minute
0	0
1	6
2	8
3	10
4	13
5	17
6	25
7	34
8	44
9	59
10	78
11	113
12	152
13	200
14	267
15	352

Tableau 2.4.- Vitesses du rhéomètre

Système	Volume d'échantillon (cm <sup>3</sup> )	Valeur de la viscosité (poise)
A	120 ( 100 - 140 )	0,65 - 17,5
B	80 ( 70 - 90 )	0,8 - 135
C	20 ( 17 - 22 )	2 - 1250
D	8 ( 7,5 - 9,5 )	20 - 13000
E	9 ( 8 - 10 )	200 - 129000



Tableau 2.5. - Différents systèmes

#### 2.4.1. Appareillage

Le viscosimètre à cylindres coaxiaux utilisé est l'EPPRECHT-RHEOMAT 15. Le couple résistant est mesuré par la rotation du carter du moteur, lui-même retenu par un ressort de rappel.

Le rotor est un corps cylindro-conique animé par un moteur synchrone à 15 vitesses (Tableau 2.4). La déformation du ressort résultant de l'opposition du fluide à l'écoulement, est mesurée électriquement. Plusieurs stators et rotors interchangeable existent. Ils sont destinés à différents niveaux de viscosité (Tableau 2.5). Le système A est destiné à des liquides du type de l'eau, alors que E est réservé aux substances très visqueuses. Nous utiliserons le système C.

##### 2.4.1.1. Description de l'appareil (Schéma en annexe VI)

L'appareil rhéomat 15 (3660 E 336) comprend :

- le rhéomètre (1) proprement dit fixé sur une colonne (2), possédant un cadran de lecture (3) (gradué de 0 à 100) et un bouton (4) amortisseur des oscillations de la flèche de lecture;
- une plate-forme (5) sur laquelle s'adapte le cylindre contenant l'échantillon à analyser,
- le système de fixation (6) du pendule (rotor).

##### 2.4.1.2. Régulation de la température

La viscosité variant avec la température, il est nécessaire de maintenir une température constante durant les analyses. Pour cela, nous immergeons le cylindre de mesure dans un bain thermostatiquement stabilisé par circulation d'eau (qui va absorber la quantité de chaleur dégagée pendant l'étude de la viscosité).

La température durant nos analyses est maintenue à 20°C .

#### 2.4.2. Mesure de la viscosité proprement dite

- Préparation des échantillons

Nous réduisons en poudre fine et régulière 100 grammes d'argile de la fraction inférieure à 5 microns dans un mortier en porcelaine.

Nous ajoutons à cette poudre un dispersant, de l'hexametaphosphate de sodium à 10 % (calgon) pour favoriser la dispersion des particules. C'est par expérimentation que nous fixerons la proportion adaptée de calgon.

Une argile traitée avec additions successives d'un dispersant (sur la figure 2.16, le dispersant utilisé (est NaOH) voit son degré de floculation et donc de viscosité augmenter jusqu'au point où la défloculation apparaît et la viscosité chute brusquement.

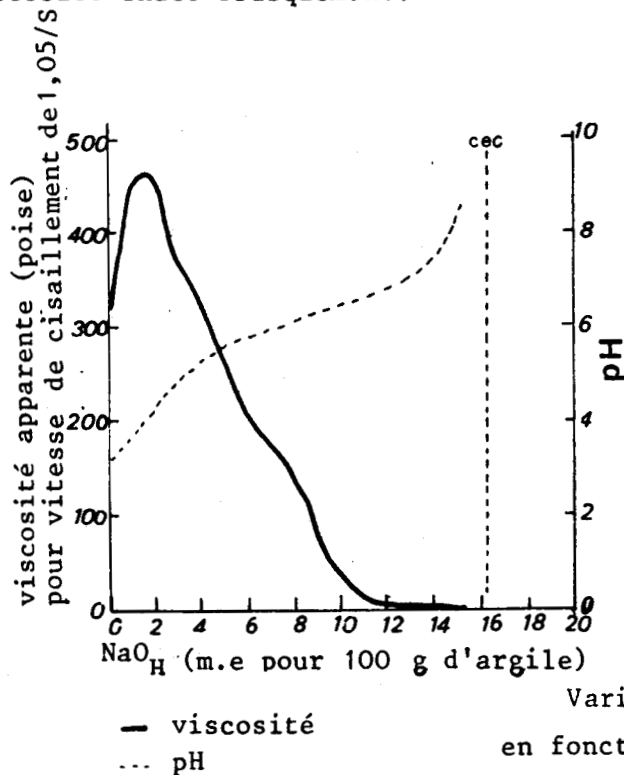


Fig. 2.16.-

Variation du pH et de la viscosité en fonction de la quantité de dispersant introduit (WORRALL, 1975).

Pour déterminer la quantité de dispersant à ajouter à nos échantillons de poudre sèche d'argile, nous avons comparé la viscosité de kaolinites à une certaine concentration en matière sèche pour différentes quantités de dispersant allant de 1 à 5 cc. (cf. Tableau 2.6)

Nous avons choisi de fixer la quantité de dispersant plutôt que la concentration solide pour étudier la viscosité des argiles. En effet, une concentration solide élevée pour une faible viscosité est un élément favorable dans l'utilisation du couchage.

Au mélange argile-calgon, nous ajoutons progressivement de l'eau distillée à l'aide d'une burette graduée en maintenant un brassage constant jusqu'au passage de la poudre humide à l'état pâteux. Cet état est défini par le rapport  $V = \frac{\text{volume des solides}}{\text{volume des solides} + \text{volume de liquide}}$  A l'état pâteux, l'eau remplit juste les vides.

Echantillon	dispersant cc	H <sub>2</sub> O cc	% concentration solide	Viscosité	
				10t/mn	100t/mn
Hallam middle	3,0	67,0	58		
"	4,0	67,0	58		
"	5,0	66,0	58		
Lal Lal top	4,0	43,3	68	23	9
"	5,0	43,0	68	∇ <sub>1</sub>	4
middle	1,0	76,0	56	428	200
"	4,0	43,0	68	2	∇
"	5,0	48,0	68	∇ <sub>1</sub>	2
Pittong top	4,0	71,0	57	281	194
"	5,0	50,3	64	217	51
middle	4,0	56,3	62	57	20
"	5,0	56,3	62	∇ <sub>1</sub>	∇

Tableau 2.6.- Etude de la variation de la concentration en matière sèche et de la viscosité en fonction de la quantité de dispersant



$V = \frac{1}{S}$  où S est le rapport du solide. Cet état correspond à la zone hachurée de la figure 2.17.. Nous ajoutons une quantité d'eau suffisante pour nous placer au point F. Un tel graphique caractérise chaque échantillon et définit sa granulométrie et son état de dispersion.

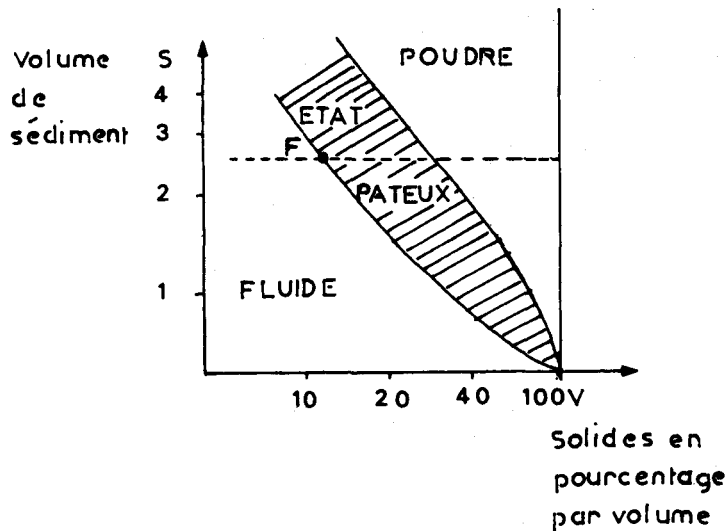


Fig. 2.17.- Différents états du mélange eau-argile. d'après JAUSSAUD, 1974  
Nous notons la quantité d'eau utile et calculons la concentration en matières sèches (Tableau 2.6.bis).

Ce mélange transvasé dans le stator après brassage est étudié au viscomètre.

### 2.4.3. Résultats

Nous établissons plusieurs tableaux consignants les résultats. Le tableau 2.7 nous donne les proportions en matières sèches mesurées pour les différentes quantités de dispersant et la valeur de la viscosité pour 10 et pour 100 tours par minute.

Dans le cas des fluides non newtoniens, nous obtenons la viscosité apparente.

La viscosité du fluide est calculée à partir de la pente de la courbe contrainte-vitesse de cisaillement. Cette courbe est appelée rhéogramme. Les valeurs de la viscosité pour chaque échantillon sont consignées dans le tableau 2.9., p. 131.

Nous allons commenter séparément les résultats obtenus pour chaque carrière.

+ Les tableaux 2. 7, 8, 9 et les figures 2.18,20,28 sont reportés en fin de chapitre, p.128 .



Echantillon	Calgon en cc	H <sub>2</sub> O en cc	Concentration solide % (% solids loading)
<u>Hallam Top</u>	5,0	92,0	50
Top + ultrasons	5,0	63,0	59
Middle	3,0	67,0	58
"	4,0	67,0	58
"	5,0	66,0	58
Bottom	5,0	74,0	56
Bottom rouge	5,0	96,0	50
<u>Lal Lal Top</u>	4,0	43,3	68
"	5,0	43,0	68
Middle	1,0	76,0	56
"	4,0	43,0	68
"	5,0	48,0	68
" + ultrasons	5,0	48,0	68
Bottom	5,0	43,0	68
	5,0	50,0	65
Stock pile	5,0	57,0	62
<u>Pittong Top</u>	4,0	71,0	57
"	5,0	50,3	65
Middle	4,0	56,3	62
"	5,0	56,3	62
Bottom	5,0	71,0	57
<u>Bulla Top</u>	5,0	100,0	49
Middle	5,0	96,0	50
Bottom	5,0	121,0	44
<u>Pyalong 3</u>	5,0	83,0	53
Fuji	5,0	55,0	62
Argile A	5,0	41,0	68
Argile B	5,0	50,0	65



Tableau/2.6 bis-Concentration en matière sèche.

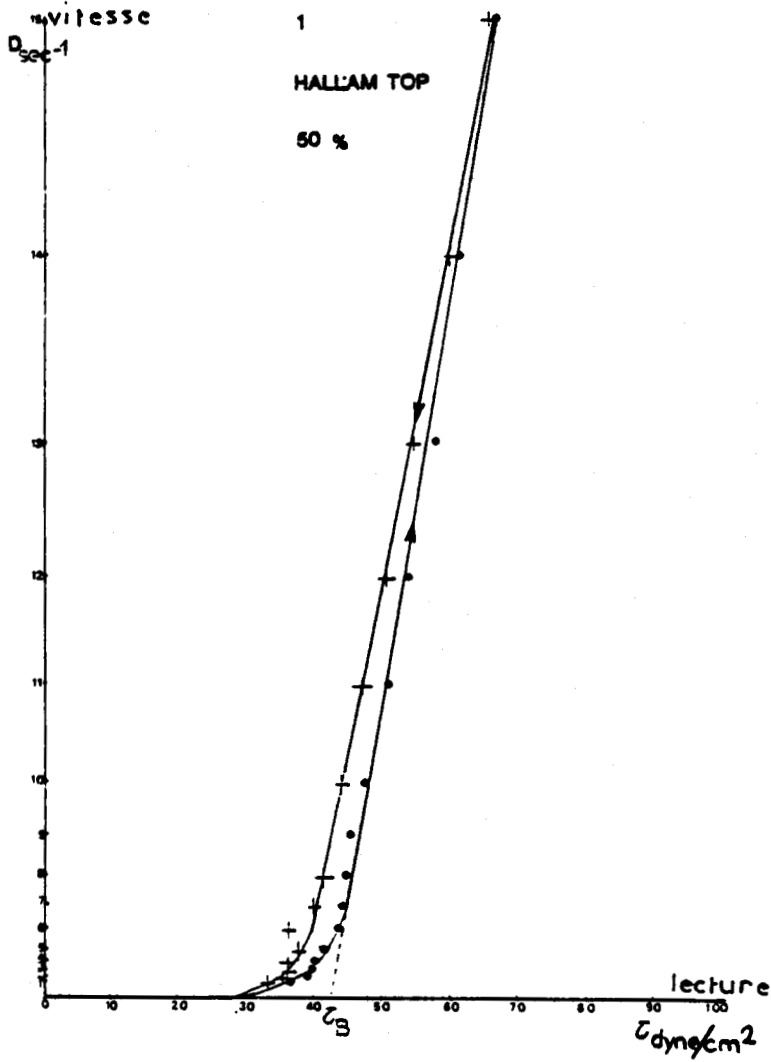


Fig. 2.19.- Rhéogramme d'Hallam top

Sur cette figure, nous donnons en abscisse la réponse au cisaillement lue sur le cadran de lecture du viscomètre et en ordonnée la vitesse de rotation du moteur. Nous obtenons ainsi directement la vitesse de cisaillement  $D$  ( $\text{sec}^{-1}$ ) en fonction de la contrainte  $\tau$  ( $\text{dyne/cm}^2$ ). (cf. valeurs Tableau 2.8). Pour simplifier, sur les rhéogrammes suivants, n'apparaîtront pas de divisions sur les coordonnées.



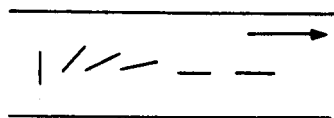
Nous obtenons les courbes d'écoulement (rhéogrammes) en reportant sur un abaque (établi par le constructeur du viscomètre) la réponse au cisaillement, lue sur le cadran de lecture, en abscisse et la vitesse de rotation du moteur en ordonnée (cf. Tableau. 2.5). De cette façon, nous obtenons directement la vitesse de cisaillement exprimée en  $S^{-1}$  en fonction de la force ou contrainte de cisaillement (exprimée en dyne/cm<sup>2</sup>). Sur le tableau 2.8., nous avons reporté les valeurs de la vitesse de cisaillement, et de la contrainte de cisaillement, pour le système de mesure utilisé (C).

#### 2.4.3.1. Hallam

La concentration en matière sèche obtenue pour l'ensemble des échantillons d'Hallam est basse (Tableau 2.6), inférieure à 60 %. Elle n'atteint que 50 % pour Hallam top (cf. figure 2.13).

Les rhéogrammes représentatifs des argiles d'Hallam sont reportés figures 2.19. Ils sont caractéristiques d'écoulement plastique selon Bingham. Hallam top est un système floculé, son écoulement n'apparaît qu'à partir d'un seuil de contrainte  $\tau_c$ . Le seuil de Bingham  $\tau_B$  est obtenu en extrapolant la courbe dès que celle-ci est linéaire.

Hallam bottom et middle sont dans un meilleur état de dispersion qu'Hallam top alors que leur concentration solide est semblable. L'écoulement apparaît après une contrainte faible car au repos les interactions entre molécules et particules doivent être faibles. En conclusion, Hallam top est plastique alors qu'Hallam bottom et middle sont pseudoplastiques. Dans ces suspensions pseudoplastiques, les particules de forme non sphérique sont orientées par le mouvement du fluide.



Ces plaquettes comprises entre deux plans sont soumises à deux types de forces. Celles dues à la vitesse de l'écoulement et celles dues au mouvement brownien. Il y a diminution de la viscosité lorsque la tension de cisaillement est suffisamment élevée pour que les molécules soient orientées parallèlement à l'écoulement.

La viscosité mesurée (Tableau 2.7) à 10 tours par minute est, pour l'ensemble des échantillons, supérieure à 100 poises. Elle atteint 414 poises pour Hallam top. Cette viscosité diminue avec l'augmentation de la vitesse

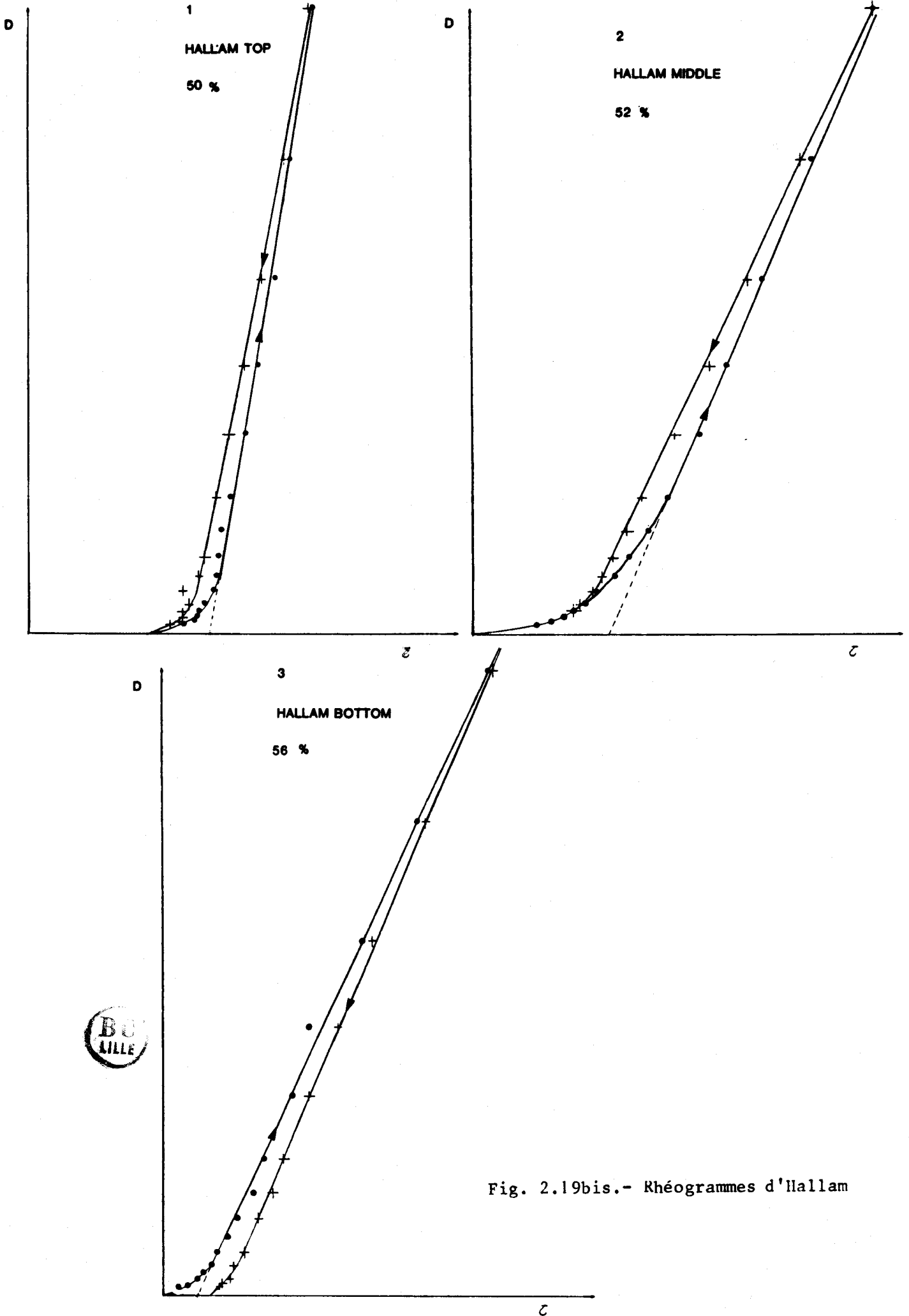


Fig. 2.19bis.- Rhéogrammes d'Hallam

de cisaillement et elle descend pour 100 tours par minute à des valeurs inférieures à 40 poises (cf. figure 2.20).

Les argiles d'Hallam se caractérisent par ailleurs, par deux courbes rhéologiques selon que les mesures s'effectuent à gradient de vitesse croissant ou décroissant. La viscosité d'Hallam top et Hallam middle décroît quand la contrainte augmente et lorsque la contrainte décroît, leur viscosité augmente. Ils sont thixotropes.

Hallam bottom est antithixotrope, sa courbe de retour étant sous la courbe d'aller. Ce phénomène est peu accusé.

La viscosité apparente mesurée par la cotangente de l'angle que formé la courbe d'écoulement avec l'abscisse est reportée pour chaque échantillon dans le tableau 2.9. (et figure 2.28). La valeur de viscosité la plus forte, obtenue pour Hallam top, atteint  $4,58 \cdot 10^{-7}$  poises.

Nous avons étudié plus particulièrement Hallam bottom rouge, pour déterminer si un traitement de blanchiment diminuait la viscosité.

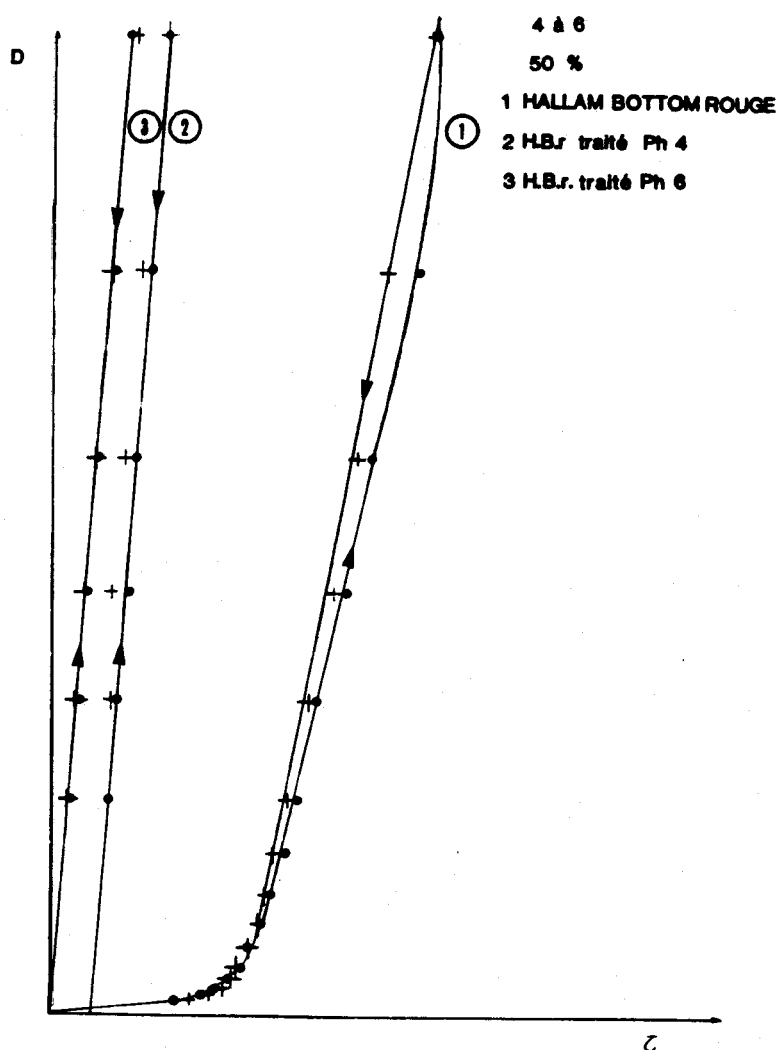


Fig. 2.21.- Rhéogrammes d'Hallam bottom rouge

La courbe 1 représente un écoulement plastique selon Bingham. Hallam bottom rouge est par ailleurs thixotrope. La viscosité mesurée à 10 tours par minute, puis à 100 tours par minute est supérieure à celle d'Hallam bottom.

Lorsque cet échantillon rouge est traité avec du  $\text{Na}_2 \text{SO}_4$ , le seuil de contrainte diminue pour devenir nul (courbe 3), lorsque le pH est acide. Ce traitement a pour effet, mis à part le blanchiment, d'une part d'augmenter la dispersion et d'autre part, de diminuer la viscosité (Tableaux 2.7, 2.8 et figures 2.20, 2.28). Nous avons expliqué ce phénomène de défloculation plus haut (fig. 2.7, p.94 ).

#### 2.4.3.2. Lal Lal

La concentration en matière sèche est élevée pour tous les échantillons de Lal Lal dispersés avec une quantité appropriée de calgon (5 cc). Cette concentration atteint 68 % (Tableau 2.6 et figure 2.18). Lal Lal stock pile montre une concentration inférieure : 62 %.

Les systèmes eau-fraction argileuse de Lal Lal se comportent comme des fluides newtoniens. La courbe représentative de Lal Lal top (fig. 2.22) présente cependant un seuil de contrainte nécessaire pour obtenir l'écoulement. A partir de ce seuil,  $\tau_c$ , cet écoulement idéalement plastique, est proportionnel à la contrainte. Nous interprétons ce seuil comme un manque de dispersion.

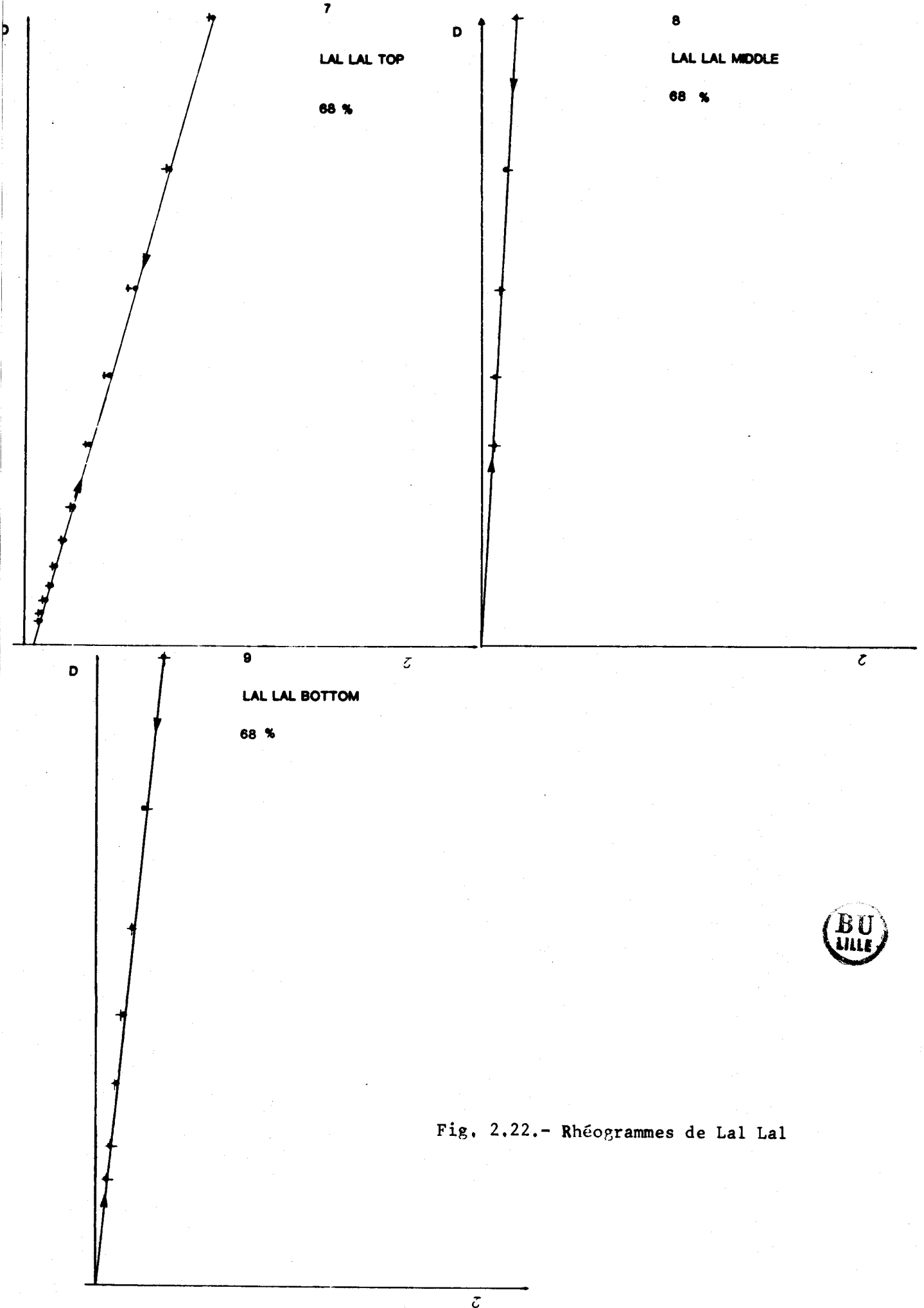
Les courbes ne présentent pas d'hystérésis.

La viscosité mesurée (tableau 2.7) à 10 tours/minute est 100 tours/minute est très faible, souvent inférieure à 1 poise. Elle ne dépasse pas 9 poises, sauf si le dispersant ajouté au système est en quantité insuffisante.

La viscosité la plus faible est obtenue pour Lal Lal middle. Nous voyons (tableau 2.9) qu'elle est de  $5,42 \cdot 10^{-2}$  poises.

Lal Lal "stock pile" présente un rhéogramme complexe (rhéopexe et thixotrope).

Les échantillons de Lal Lal présentent une viscosité minimale pour une concentration en matière sèche maximum. Ils répondent au critère de sélection d'une charge de couchage.



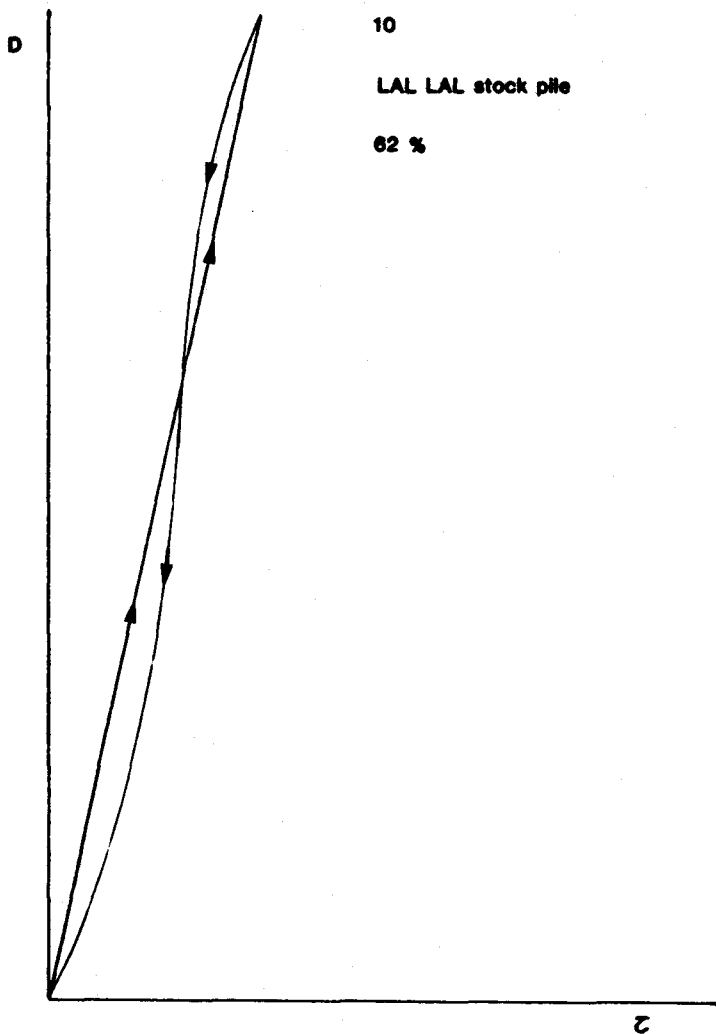


Fig. 2.23.- Rhéogramme de Lal Lal "stock pile"

#### 2.4.3.3. Pittong

Les concentrations en matière sèche obtenues pour les échantillons de Pittong sont inférieures à celles de Lal Lal (68 %) et supérieures à celles d'Hallam (50 %). Elles sont comprises entre 57 et 65 %.



Les rhéogrammes (figure 2.24) de Pittong top, middle et bottom sont différents. Rappelons que ces échantillons situés à des hauteurs différentes dans la carrière ne sont pas situés sur une même coupe verticale.

Pittong top et middle sont pseudoplastiques. La suspension de Pittong middle est moins concentrée que celle de Pittong top (62 et 65 %). Pittong bottom est dilatant, sa viscosité augmente avec la contrainte. Sous une forte contrainte, l'eau située entre les particules est chassée. Les frottements entre les particules augmentent donc, ce qui entraîne un accroissement de la viscosité.

Les échantillons de Pittong sont, par ailleurs, thixotropes.



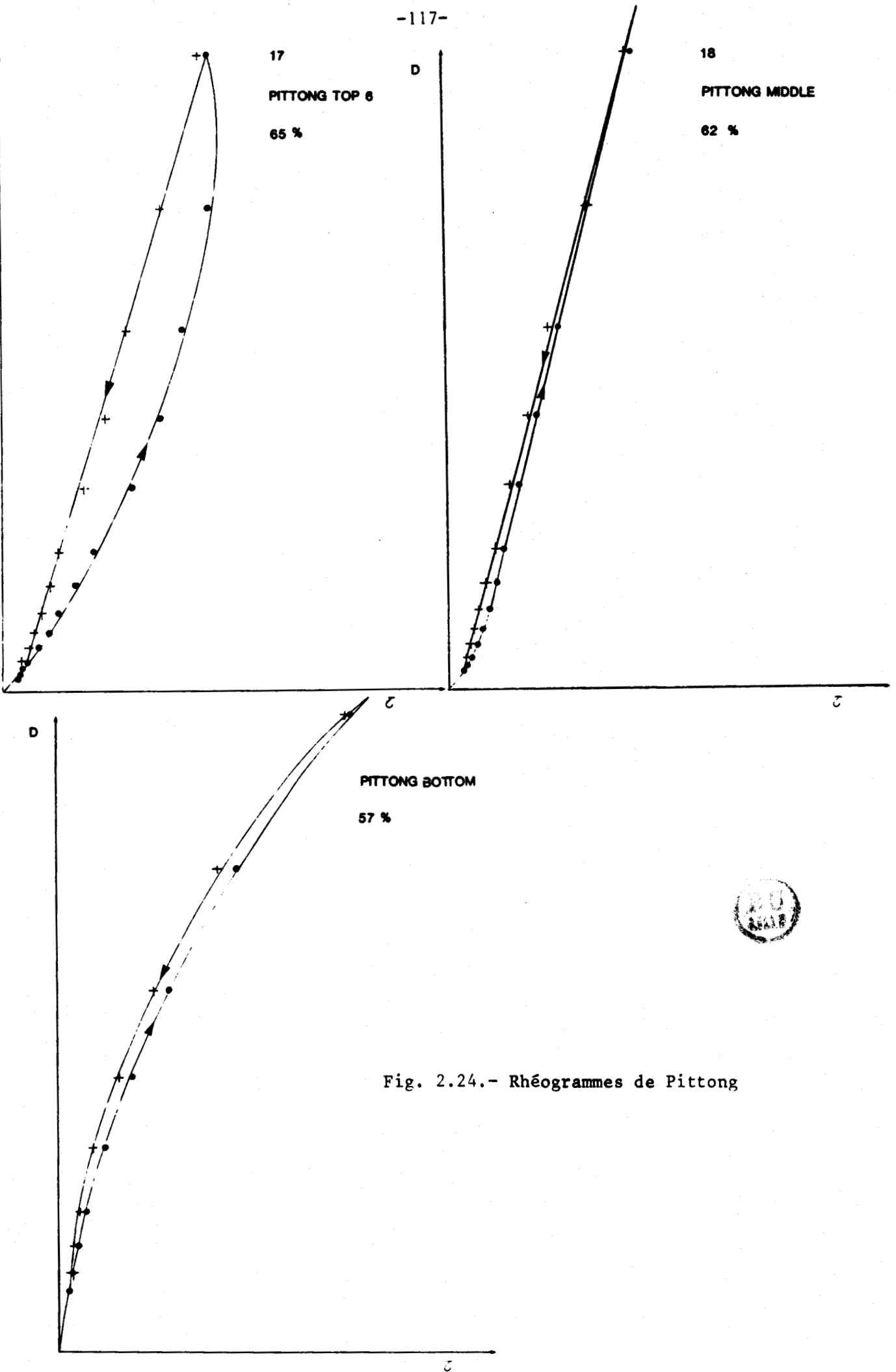


Fig. 2.24.- Rhéogrammes de Pittong

La viscosité des argiles de Pittong est supérieure à 20 poises pour 10 tours par minute. La valeur maximale est obtenue pour Pittong top avec 217 poises. A 100 tours par minute, elle est inférieure à 50 poises pour Pittong top et descend jusqu'à des valeurs inférieures à 1 poise.

Les viscosités mesurées sur les rhéogrammes sont supérieures à celles de Lal Lal mais inférieures à celles d'Hallam, de l'ordre de  $3 \cdot 10^{-1}$  poises.

Les argiles de Pittong, malgré leur viscosité relativement élevée, sont utilisées dans l'industrie du papier couché du fait de leur grande blancheur.

Des études granulométriques sont actuellement entreprises à Ballarat (Victoria) pour déterminer l'influence de la taille des particules. Les résultats ne nous ont pas été communiqués.

#### 2.4.3.4. Bulla

Le tableau 2.6. montre que les concentrations en matière sèche obtenues pour les argiles de Bulla sont inférieures à 50 % et supérieures à 44 %. Ces résultats sont les moins exploitables pour l'ensemble des argiles étudiées.

Les systèmes eau-argiles de Bulla top et middle se comportent comme des écoulements pseudoplastiques. Bulla bottom est un plastique selon Bingham. Ces systèmes sont de plus thixotropes, avec une thixotropie très prononcée (fig. 2.25).

Les viscosités obtenues pour une vitesse de rotation du rotor de 10 tours par minute atteint 242 poises pour Bulla bottom, 98 poises pour Bulla middle et 40 poises pour Bulla top. La viscosité, à 100 tours par minute, est de l'ordre de 18 poises.

Nous avons étudié la viscosité de Bulla top immédiatement après la préparation de la pâte eau-argiles puis après un temps de repos. Ce repos fait accroître la viscosité. La matière a été désorganisée par la première agitation, elle ne reprend pas de suite son état initial.

La viscosité calculée à partir des rhéogrammes (Tableau 29) est de l'ordre de  $3 \cdot 10^{-1}$  poises, exception faite pour Bulla bottom dont la viscosité est de  $9,45 \cdot 10^{-2}$ .

Les échantillons de Bulla présentent une viscosité élevée pour une faible concentration en matière sèche et une thixotropie importante.

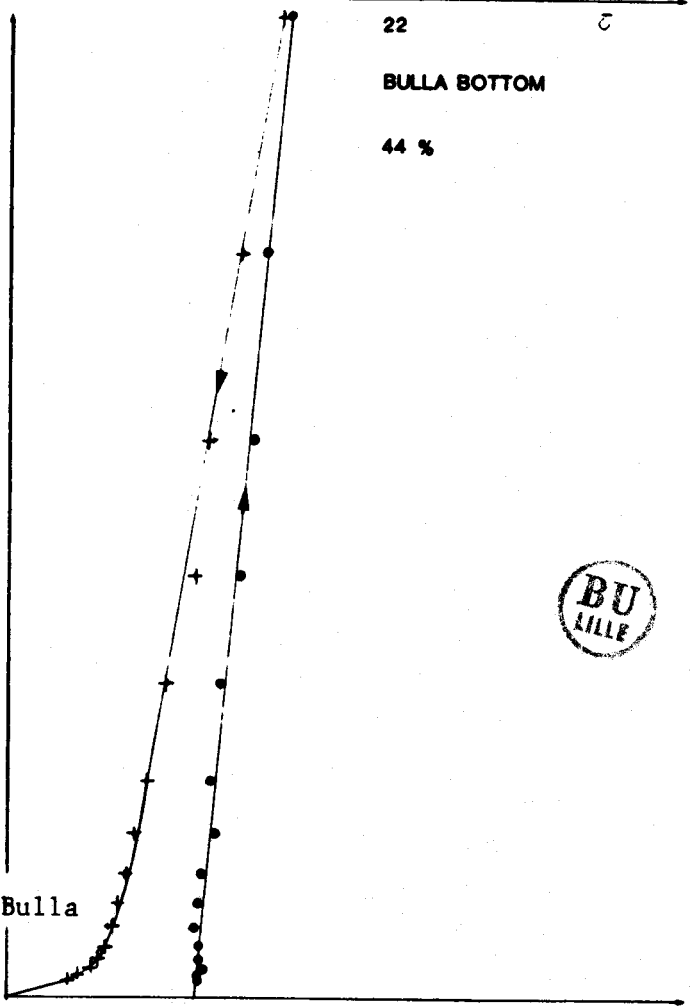
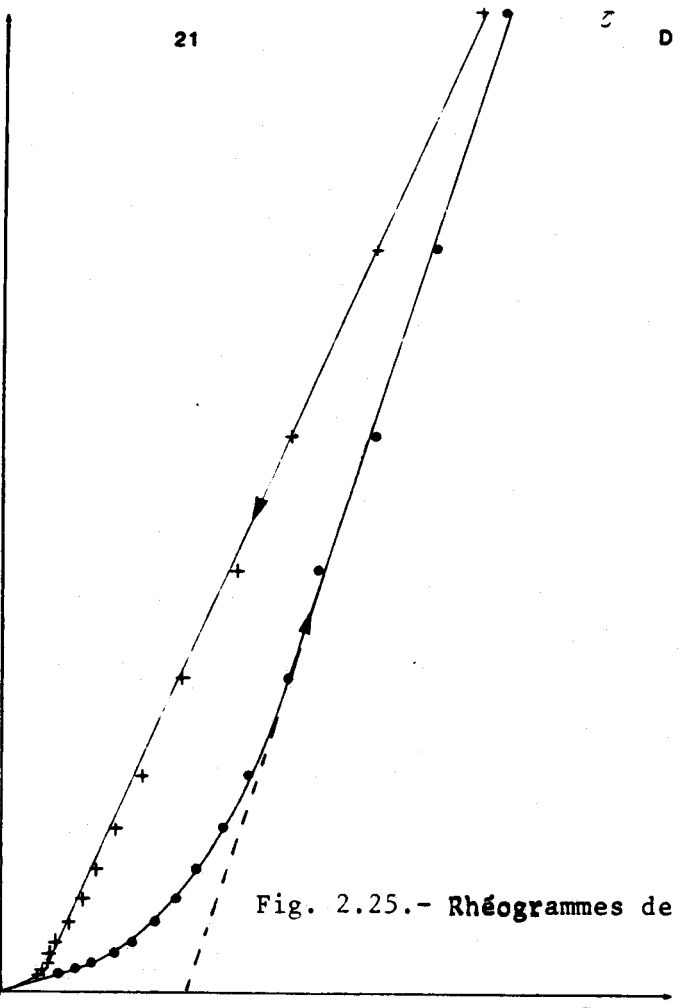
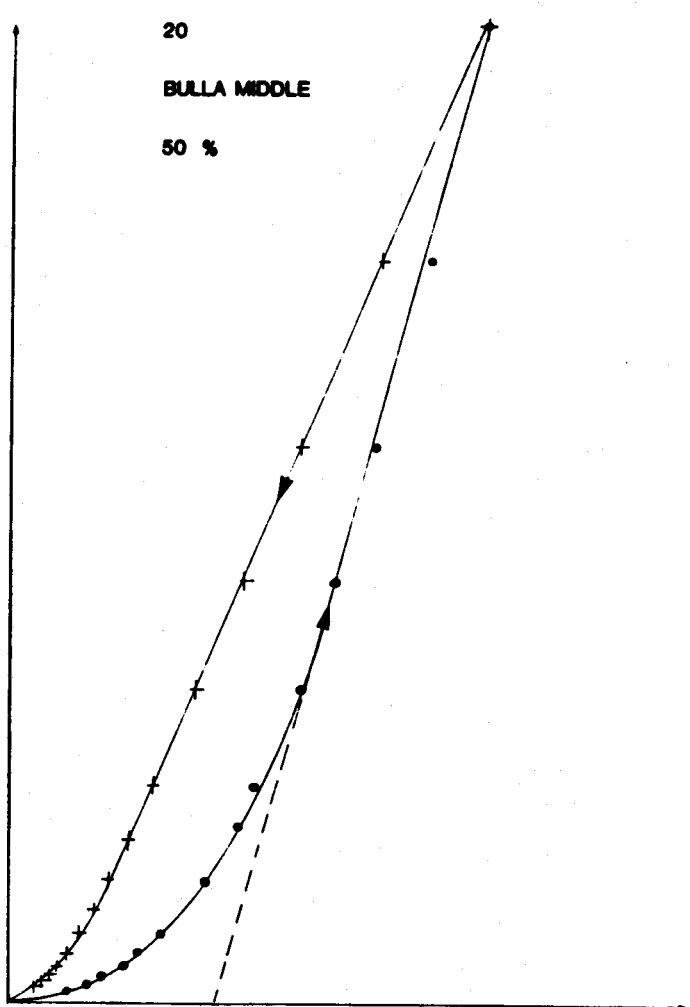
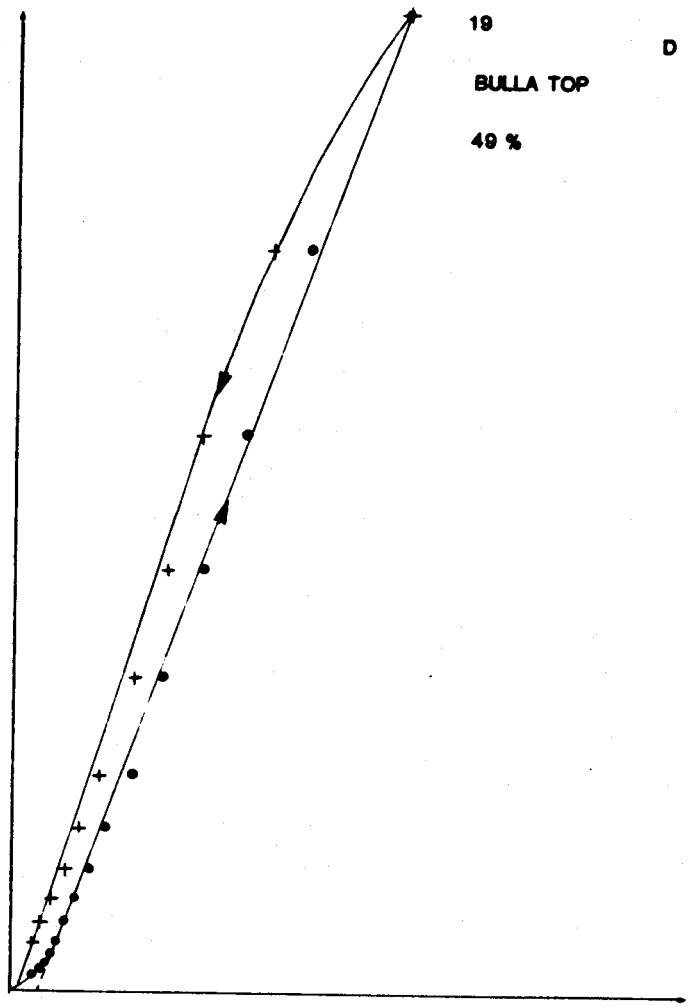


Fig. 2.25.- Rhéogrammes de Bulla

#### 2.4.3.5. Pyalong

La concentration en matière sèche atteinte pour l'échantillon de Pyalong est de 53 %.

Le rhéogramme présenté figure 2.26 est caractéristique d'un plastique selon Bingham et ne montre pas d'hystérésis. Les courbes représentatives de l'écoulement à gradient de vitesse croissant ou décroissant sont confondues.

La viscosité mesurée pour une vitesse de 10 tours par minute est de 128 poises et pour 100 tours par minute, de 20 poises (cf. Tableau 2.7).

La viscosité calculée à partir du rhéogramme est de  $1,23 \cdot 10^{-1}$  poises.

#### 2.4.3.6. Kaolins utilisés dans l'industrie papetière

La concentration en matière sèche obtenue pour l'ensemble des échantillons est supérieure à 62 % à l'exception près du kaolin whitetex n° 2 (54 %).

Les rhéogrammes (fig. 2.27) représentent des systèmes newtoniens (kaolins B, 20 B et whitetex), des systèmes pseudoplastiques (kaolin B) et plastiques selon Bingham (Kaolin japonais - Fuji). L'étude à gradient de vitesse décroissant n'a pas été effectuée pour les kaolins Fuji, A et B. Elle a été faite pour les kaolins 20 B et whitetex. Elle montre que ces systèmes ne présentent pas d'hystérésis.

La valeur de la viscosité de ces kaolins à 10 tours par minute (Tableau 2.5) est inférieure à 1 poise à l'exception du kaolin B (50 poises) et de Fuji (200 poises). A 100 tours par minute, la viscosité est plus faible, exception faite pour le kaolin whitetex qui voit sa viscosité augmenter (28 poises).

Les valeurs de viscosité mesurées sur les courbes (fig. 2.28) sont du même ordre de grandeur que celles obtenues pour Lal Lal. Le kaolin A présente la plus faible valeur ( $5,63 \cdot 10^{-2}$  poises).

#### 2.4.3.7. Conclusion à l'étude rhéologique de la fraction argileuse

Nous avons reporté sur la figure 2.20, les valeurs de la viscosité obtenues pour chaque échantillon à deux vitesses de cisaillement (10 et 100 tours par minute). En comparant ce schéma à celui de la figure 2.18, vue précédemment (donnant la concentration en matière sèche),

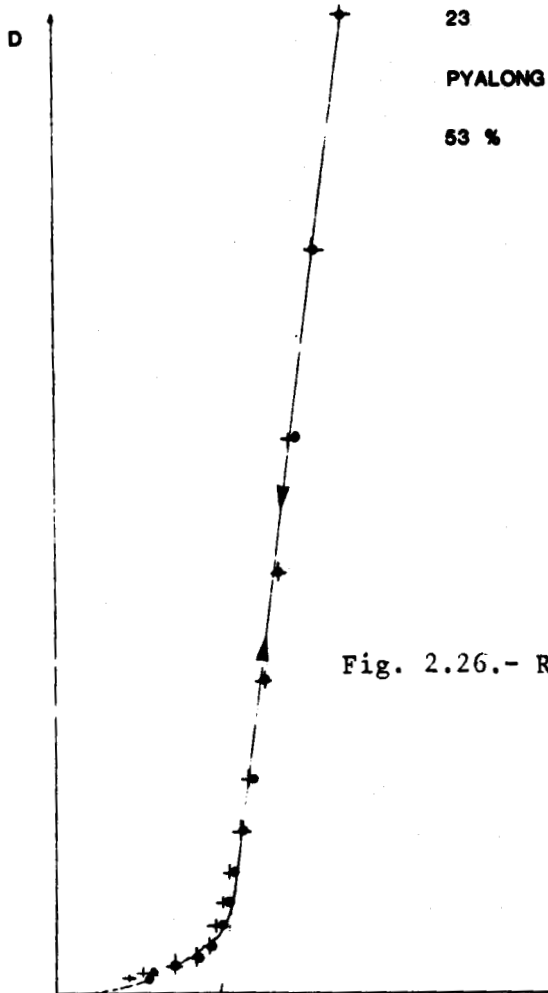
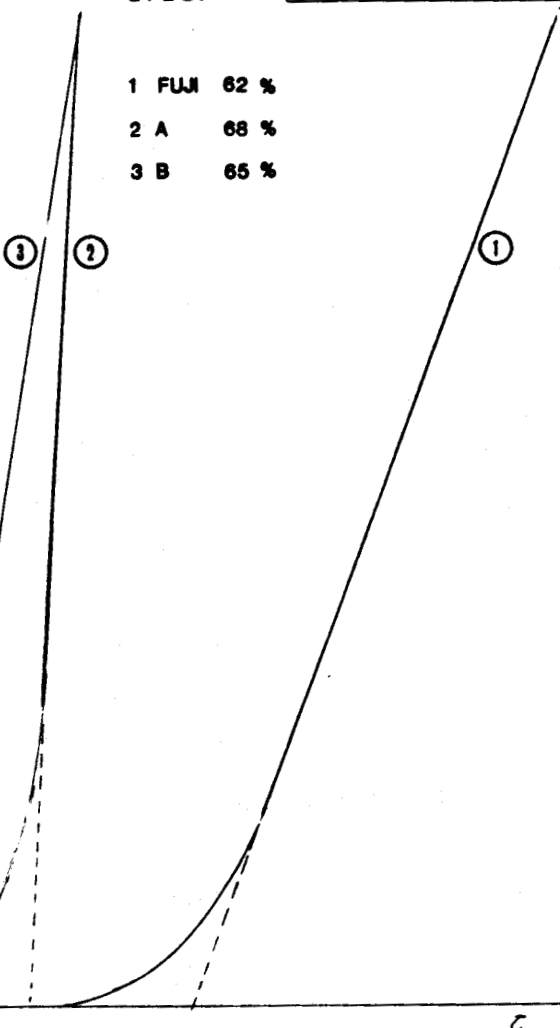


Fig. 2.26.- Rhéogrammes de Pyalong

24 à 26

- 1 FUJI 62 %
- 2 A 68 %
- 3 B 65 %



27 28

- n.1 20B 66 %
- n.2 Whitetex 54 %

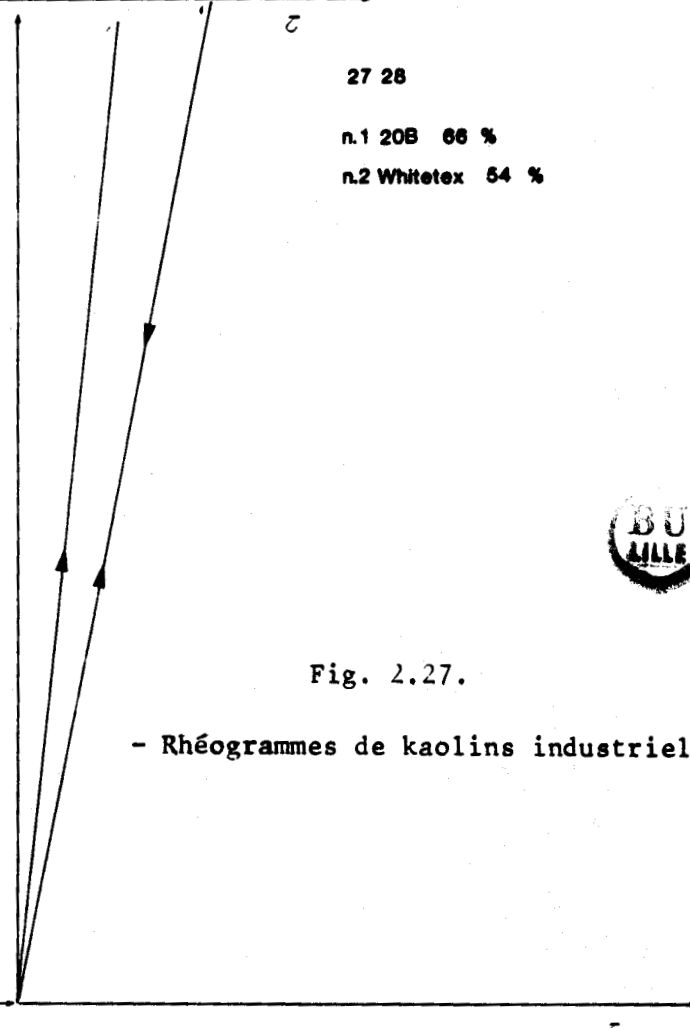


Fig. 2.27.

- Rhéogrammes de kaolins industriels

nous voyons que Lal Lal présente la plus faible viscosité pour la plus forte concentration en matière sèche. Alors qu'Hallam et Bulla présentent le phénomène inverse, à savoir forte viscosité et faible concentration solide.

Par ailleurs, si nous reportons la viscosité mesurée sur les rhéogrammes pour chaque échantillon (Tableau 2.9 et figure 2.28), la viscosité la plus basse est obtenue pour Lal Lal middle et la plus forte pour Hallam top.

Nous avons donc étudié la viscosité du mélange Hallam top, Lal Lal middle. L'adjonction d'Hallam en quantité croissante diminue la concentration en matière sèche et augmente la viscosité (Tableaux 2.9 et 2.10).

Sur la figure suivante, sont représentés les rhéogrammes de Lal Lal middle et Hallam top. Les rhéogrammes numérotés représentent :

- 1) un mélange de 90 % de Lal Lal pour 10 % d'Hallam,
- 2) un mélange de 70 % de Lal Lal pour 30 % d'Hallam,
- 3) un mélange de 50 % de Lal Lal pour 50 % d'Hallam,
- 4) un mélange de 30 % de Lal Lal pour 70 % d'Hallam

11 à 16

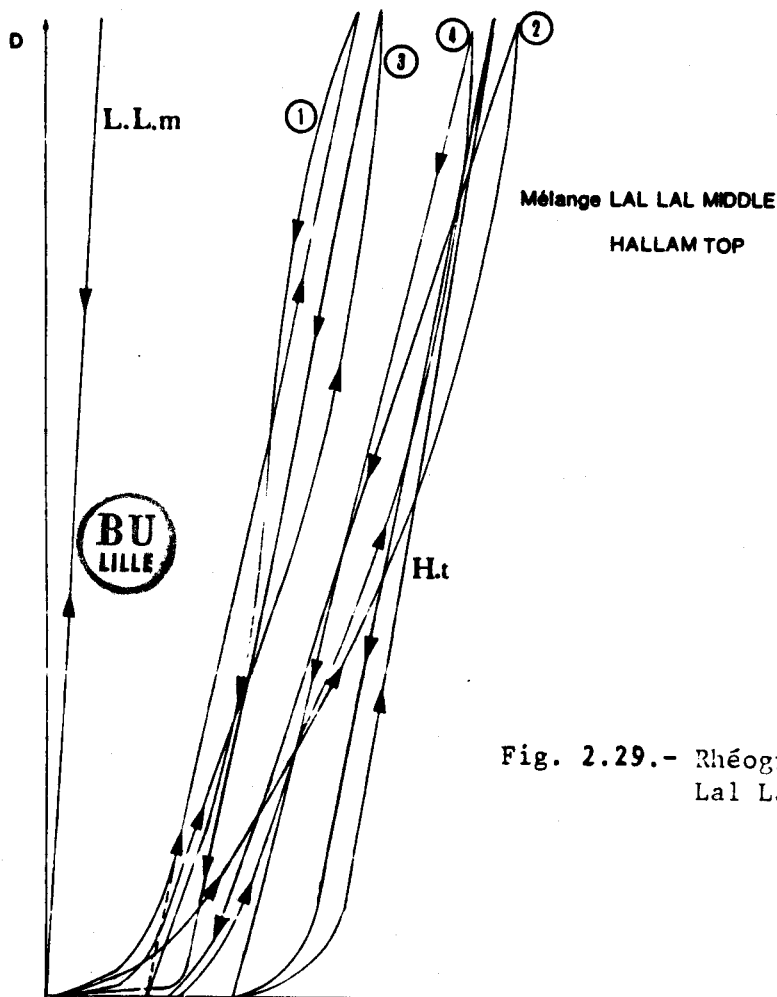


Fig. 2.29.- Rhéogrammes du mélange Hallam - Lal Lal

Mélange g		Viscosité (Poise)		Concentration en matière sèche (%)	dispersant cc
		10 tr/mn	100 tr/mn		
<i>Lal middle</i>	<i>Lal top</i>				
90	10	87	16	63	5
70	30	92	18	59	5
50	50	97	18	59	5
30	70	107	20	58	5
10	90	150	29	56	5
<i>Lal middle + Hallam</i>	<i>Hallam top</i>				
90 + 10	10	105	26	60	5
50 + 50	10	176	34	56	5
30 + 70	10	160	44	55	5
10 + 90	10	180	45	54	5

Tabl.2.10.- Etude de la viscosité du mélange de deux kaolinites



La viscosité du mélange s'accroît avec augmentation de la proportion d'Hallam.

Les courbes d'écoulement sont caractéristiques de substances thixotropes. Le rhéogramme du mélange 1 est plus complexe (rheopexe et thixotrope).

A partir de l'étude de la viscosité et des propriétés rhéologiques, nous pouvons classer les argiles en bonnes ou inadaptées pour le couchage.

Les argiles d'Hallam et de Bulla sont les plus mauvaises. Les suspensions de ces argiles présentent une faible concentration solide et une viscosité maximum. La thixotropie est très marquée.

Les argiles de Pittong et de Lal Lal sont les plus adaptées au couchage. Il est à regretter l'absence d'une légère thixotropie pour Lal Lal. Une concentration plus élevée permettrait peut-être d'obtenir cette thixotropie.

#### 2.5. TRAITEMENTS SPECIAUX POUR HALLAM TOP ET LAL LAL MIDDLE

WORRALL (1975) indique qu'une réduction des agrégats argileux accroissant la surface spécifique, augmente la surface de contact entre les particules, ce qui élève le seuil de contrainte et la viscosité. Pour vérifier cette affirmation nous avons étudié les argiles d'Hallam top et de Lal Lal middle soumis d'une part à des ultrasons, d'autre part à une agitation vigoureuse mécanique.

##### - Désintégrateur à ultrasons

Nous utilisons un désintégrateur (type A 350 G) pour détruire les agrégats et casser les particules d'argile. Les mesures de viscosité sont effectuées après 5 puis 15 minutes de désintégration.

##### - Appareil vibrant

Nous soumettons nos échantillons à des agitations très violentes en présence de billes d'alumine insolubles pendant 15 puis 30 minutes. Les vibrations détruisent les agrégats et séparent les particules.

Les ultrasons et vibrations provoquent une augmentation du pourcentage de particules inférieures à 0,5 microns. (Tableau 2.11)



Echantillons	Viscosité (poise)		Concentration en matière sèche %	Dispersant cc
	10 tr/mn	100 tr/mn		
<u>Lal Lal</u> middle	21	7	65	5
" " ;				
+ 5 mn d'ultrasons	69	16	"	"
+ 15 mn "	-	4	"	"
+ 15 mn de vibrations	-	7	"	"
+ 30 mn "		3	"	"
<u>Hallam top</u>	124	36	60	
" "				
+ 5 mn d'ultrasons	87	20	"	"
+ 15 mn "	152	33	"	"
+ après 2h de repos	250	54	"	"
+ 15 mn de vibrations	204	37	"	"
+ 30 mn de vibrations	232	42	"	"

Tabl. 2.12 - Etude de la viscosité de kaolinites soumises à des ultrasons et des agitations .

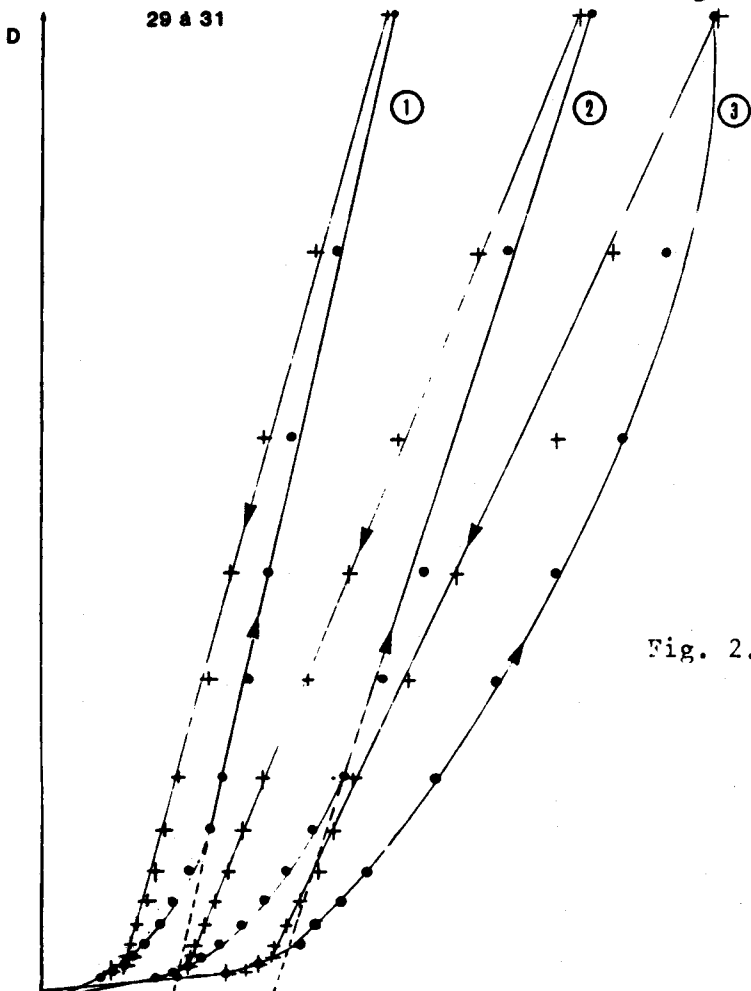


Fig. 2.30.- Rhéogrammes d'argile soumise à des ultrasons ou à des agitations

Echantillon	Hallam top	Hallam top + agitations	Hallam top + ultrasons
Pourcentage de particules $\leq 0,5$ microns	9	37	36
Echantillon	Lal Lal middle	Lal Lal middle + vibrations	Lal Lal middle + ultrasons
Pourcentage de particules $\leq 0,5$ microns	20	23	23

Tableau 2,11. - Influence des agitations et des ultrasons sur les agrégats argileux. Pourcentage de particules inférieures ou égales à 0,5 micron.

Pour Hallam top, cette augmentation est importante de l'ordre de 30 % alors que pour Lal Lal middle, elle n'est que de 3 %.

La viscosité d'Hallam augmente régulièrement avec la réduction de la taille des agrégats, alors que celle de Lal Lal augmente sous l'effet de 5 minutes d'ultrasons, puis diminue (inférieure à 1 poise). (Tableau 2.12)

Pour Hallam, ces rhéogrammes tracés montrent une augmentation du seuil de contrainte et du phénomène de thixotropie.

Cette expérience va dans le sens des conclusions de WORRALL, à savoir qu'une augmentation de la surface spécifique accroît la viscosité et le seuil de contrainte.

En se basant sur le comportement rhéologique de Lal Lal et à la vue de ces derniers résultats, les argiles de Lal Lal ne doivent pas être agrégées. Les traitements (ultrasons, agitations) n'augmentent pas la surface spécifique et entraînent peu de modifications dans la valeur de la viscosité et les comportements rhéologiques.

Il est à souligner que ces traitements élèvent la température des systèmes eau-argile. Il faut attendre que ces systèmes soient à la température de 20°C pour pouvoir les étudier au viscosimètre. Les particules peuvent se réagglomérer durant ce temps de latence. Par ailleurs, sous l'effet de la chaleur, il y a décomposition des dispersants, ces derniers devenant de mauvais dispersants (à 50°C décomposition du polyphosphate en

orthophosphate, par exemple).

Ces deux facteurs peuvent être à l'origine des augmentations de viscosité et ne sont pas à négliger.

## 2.6. CONCLUSION GENERALE

Pour déterminer les paramètres influençant la viscosité des systèmes eau-argile, nous allons envisager plusieurs études:

- une étude chimique qui va nous permettre de déterminer, d'une part la nature de nos échantillons argileux et, d'autre part, les ions pouvant être adsorbés;
- une étude minéralogique pour déterminer le degré de cristallinité des argiles;
- une étude morphologique, pour déterminer la forme des cristallites argileux et leur mode d'assemblage (en château de cartes, par exemple).

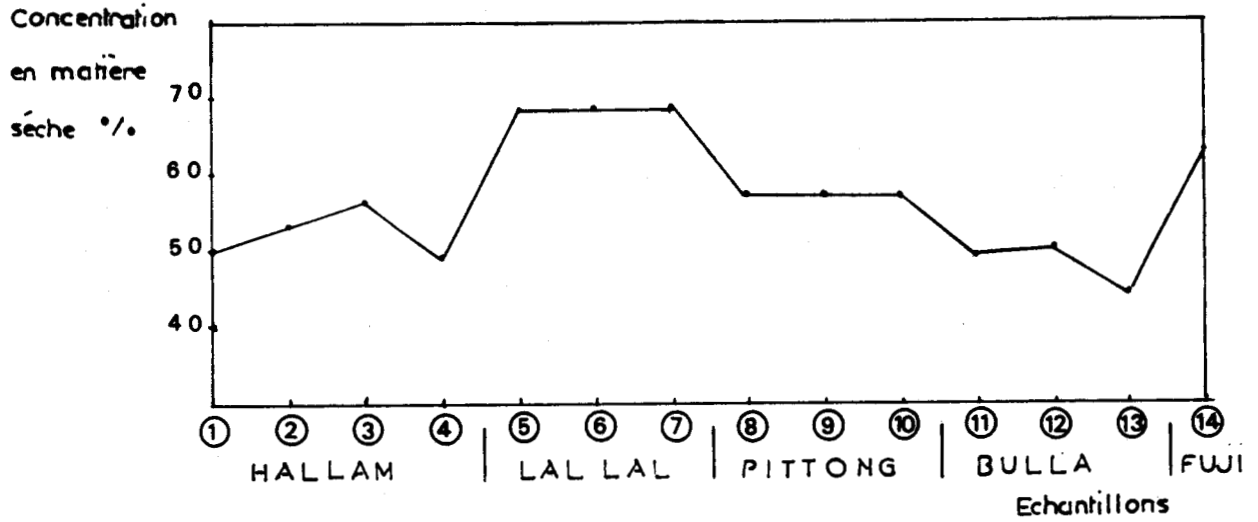


Fig. 2.18.- Schéma de la concentration en matière sèche

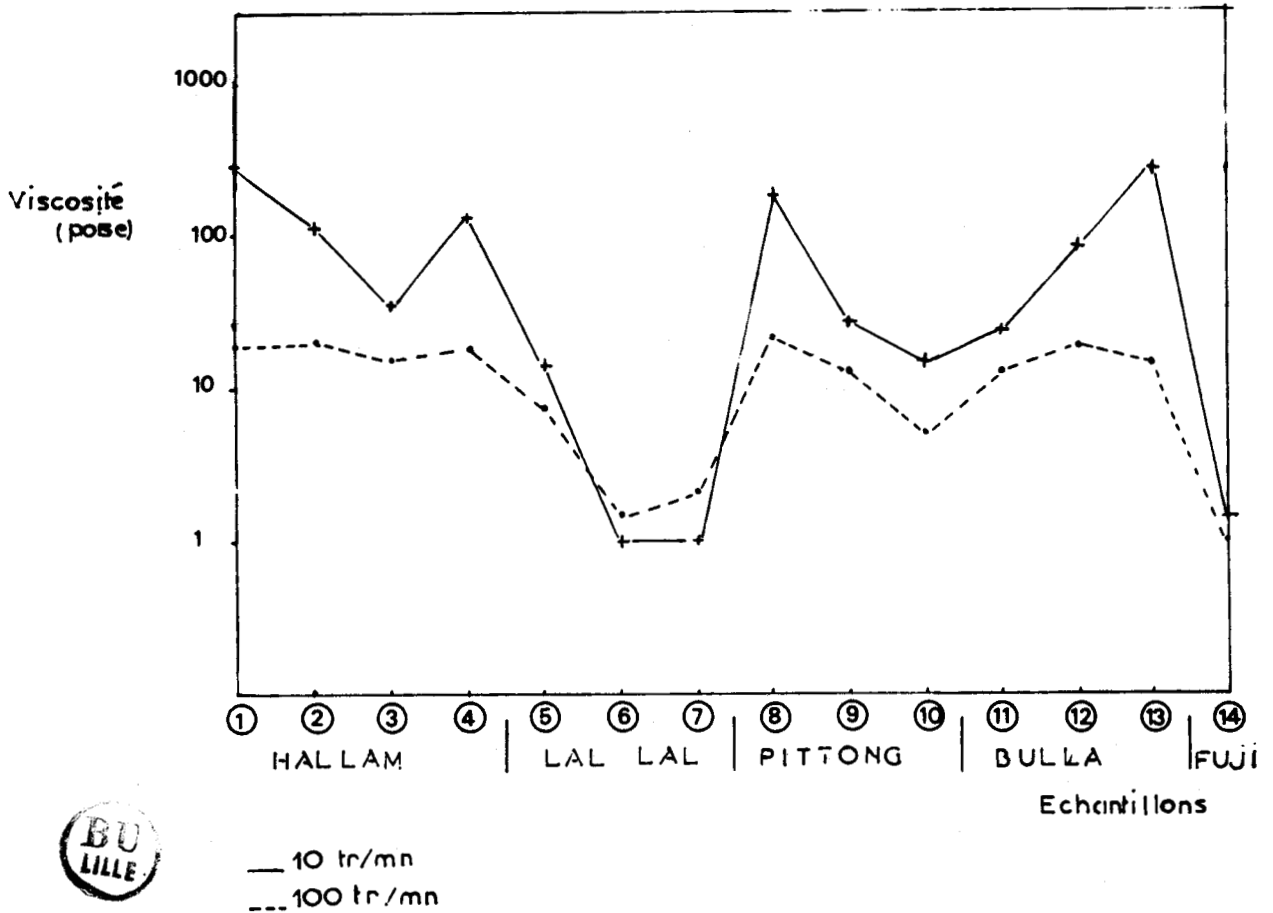


Fig. 2.20.- Schéma de la viscosité des échantillons à 10 tours/minute et 100 tours/minute.



Echantillons	Viscosité (poise)		Concentration en matière sèche %	Dispersant cc
	10 tr/mn	100 tr/mn		
<i>Halcom</i> top	414	32	50	5
middle	151	34	53	5
"	160	35	53	5
"	23	4	53	4
"	109	37	59	3
"	92	30	59	3
bottom	57	20	56	5
bottom rouge	177	25	49	5
" " traite	-	3	49	5
<i>Lal Lal</i> top	23	9	68	5
top	-	4	60	4
top	-	6	68	4
middle	-	2	68	5
middle	2	1	65	5
middle	428	200	57	1
bottom	-	3	68	5
"stock pile"	-	8	62	5
top n°4	-	6	57	5
<i>Pittong</i> top	281	194	57	4
top	217	51	34	5
top	255	48	52	4
middle	24	10	62	5
middle	57	20	62	4
middle	46	14	62	4
middle	-	-	57	5
bottom	20	7	57	5
n°3	2	-	57	5
<i>Bulla</i> top	36	14	49	5
top	41	14	49	5
middle	98	26	50	5
bottom	242	20	44	5
bottom après repos	320	58	44	5
<i>Pymlong (Py3a)</i>	128	20	53	5
<i>B Georgie</i>	50	20	58	5
<i>A Georgie</i>	-	3	58	5
<i>Fuji (japonais)</i>	2	-	63	5
"	200	28	64	5
<i>Kaolin whitetex n°2</i> (Georgie)	-	28	55	5
<i>Kaolin 20 B(France)</i>	-	6	58	5
<i>Silicate alumine</i> ASP 600 (Georgie)	-	-	58	5
<i>Kaolin n 100</i>	-	-	60	5

Tab.2.7 Etude de la viscosité

Les valeurs de viscosité inférieures à 1 poise ne sont pas données.



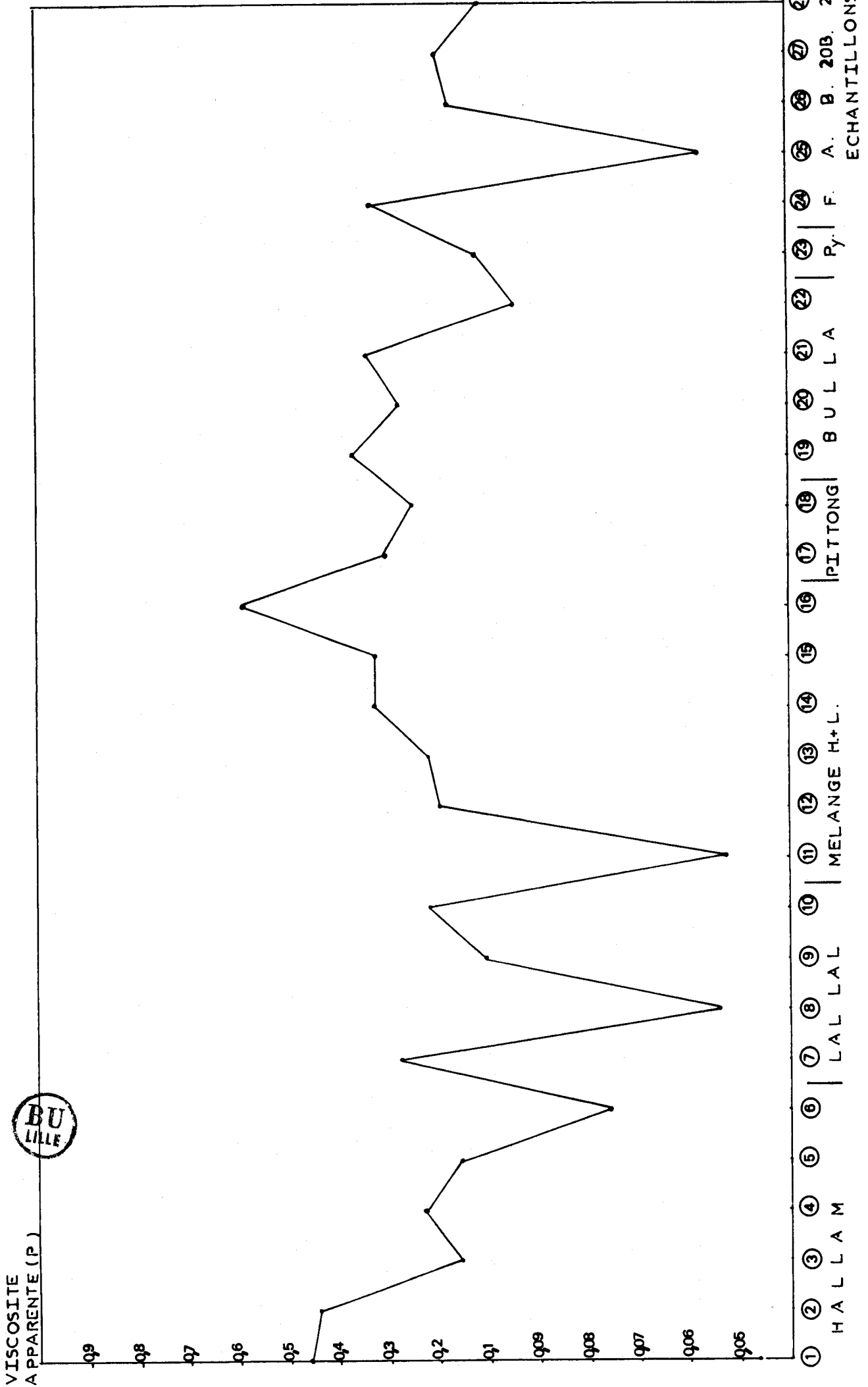


Fig. 2.28.- Schéma de la viscosité apparente

ECHANTILLONS	VISCOSITE.	
	Poise	Poiseuille
1 Hallam top	4,58 10 <sup>-1</sup>	4,58 10 <sup>-2</sup>
2 middle	4,40 10 <sup>-1</sup>	4,40 10 <sup>-2</sup>
3 bottom	1,58 10 <sup>-1</sup>	1,58 10 <sup>-2</sup>
4 bottom rouge(1)	2,31 10 <sup>-1</sup>	2,31 10 <sup>-2</sup>
5 (+Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH 4)(2)	1,58 10 <sup>-1</sup>	1,58 10 <sup>-2</sup>
6 (+Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ph 6)(3)	7,69 10 <sup>-2</sup>	7,69 10 <sup>-3</sup>
7 Lal Lal top	2,77 10 <sup>-1</sup>	2,77 10 <sup>-2</sup>
8 middle	5,42 10 <sup>-2</sup>	5,42 10 <sup>-2</sup>
9 bottom	1,05 10 <sup>-1</sup>	1,05 10 <sup>-2</sup>
10 "stock pile"	2,13 10 <sup>-1</sup>	2,13 10 <sup>-2</sup>
11 Lal Lal middle	5,24 10 <sup>-2</sup>	5,24 10 <sup>-3</sup>
12 Hallam top	1,94 10 <sup>-1</sup>	1,94 10 <sup>-2</sup>
13 90 g (11) + 10g (12).(1)	2,13 10 <sup>-1</sup>	2,13 10 <sup>-2</sup>
14 70 g (11) + 30g (12).(2)	3,25 10 <sup>-1</sup>	3,25 10 <sup>-2</sup>
15 50 g (11) + 50g (12).(3)	3,25 10 <sup>-1</sup>	3,25 10 <sup>-2</sup>
16 30 g (11) + 70g (12).(4)	5,77 10 <sup>-1</sup>	5,77 10 <sup>-2</sup>
17 Pittong top	3,01 10 <sup>-1</sup>	3,01 10 <sup>-2</sup>
18 middle	2,49 10 <sup>-1</sup>	2,49 10 <sup>-2</sup>
19 Bulla top	3,64 10 <sup>-1</sup>	3,64 10 <sup>-2</sup>
20 middle	2,74 10 <sup>-1</sup>	2,74 10 <sup>-2</sup>
21 "	3,39 10 <sup>-1</sup>	3,39 10 <sup>-2</sup>
22 bottom	9,45 10 <sup>-2</sup>	9,45 10 <sup>-3</sup>
23 Pyalong	1,23 10 <sup>-1</sup>	1,23 10 <sup>-2</sup>
24 Fuji (1)	3,75 10 <sup>-1</sup>	3,75 10 <sup>-2</sup>
25 Kaolin A (2)	5,68 10 <sup>-2</sup>	5,68 10 <sup>-3</sup>
26 Kaolin B (3)	1,67 10 <sup>-1</sup>	1,67 10 <sup>-2</sup>
27 Kaolin 20 B (N°1) (Bretagne)	1,93 10 <sup>-1</sup>	1,93 10 <sup>-2</sup>
28 Kaolin whitetex (n°2)	1,02 10 <sup>-1</sup>	1,02 10 <sup>-2</sup>
Lal Lal middle	4,37 10 <sup>-2</sup>	4,37 10 <sup>-3</sup>
" " + 5 mn ultrasons	3,15 10 <sup>-1</sup>	3,15 10 <sup>-2</sup>
+30 mn vibrations	4,99 10 <sup>-1</sup>	4,99 10 <sup>-2</sup>

Tableau 2.9.- Valeur de la viscosité mesurée sur le rhéogramme ( $\eta = \cotg.\alpha$ ).



Systeme de mesure "C"

(coupe et pendule)

Contrainte ( $\tau$ ) = (2, 74) (lecture) Unité : dyne/cm<sup>2</sup>

Viscosité <sup>+</sup> = (facteur de viscosité,  $\eta$  %) (lecture). Unité : Poise  
 (Le facteur de viscosité permet de calculer la viscosité à partir de la lecture effectuée sur le viscosimètre).

Vitesse	D, Vitesse de cisaillement (sec <sup>-1</sup> )	facteur de viscosité $\eta$ % (P)/(lecture)
1	2,18	12,56
2	2,93	9,36
3	3,85	7,11
4	5,14	5,33
5	6,78	4,04
6	9,77	2,80
7	13,12	2,09
8	17,26	1,61
9	23,03	1,19
10	30,38	0,901
11	44,10	0,621
12	59,22	0,462
13	77,92	0,351
14	103,9	0,264
15	137,1	0,200



+ Fluides newtonien : viscosité absolue  
 Fluides non newtonien : viscosité apparente  $\eta_a$

Tableau 2.8.- Valeurs de la vitesse de cisaillement, de la contrainte de cisaillement pour le Systeme de mesure C.



Chapitre 3  
Analyse chimique  
par  
fluorescence X

### 3. ANALYSE CHIMIQUE PAR FLUORESCENCE X

Nous venons d'étudier la viscosité du système eau-fraction argileuse.

Par fluorescence X, nous allons déterminer la composition chimique de la fraction argileuse inférieure à 5 microns et déterminer si cette composition correspond à une kaolinite.

#### 3.1. PRINCIPE

La fluorescence X est une méthode physique d'analyse quantitative d'un échantillon par mesure de l'intensité du rayonnement de fluorescence des éléments qui le constituent.

#### 3.2. APPAREILLAGE

Nous utilisons un spectromètre de fluorescence aux rayons X, Siemens, SRS I, séquentiel, à magasin automatique à 10 positions. Les conditions expérimentales sont résumées dans le tableau 2.13. Les mesures sont effectuées par comparaison avec une "perle" de référence que nous avons préparée suivant les données de HAUKKA et THOMAS (1977).

#### 3.3. PREPARATION DES ECHANTILLONS

Nous ajoutons aux échantillons réduits à l'état de poudre la plus fine possible, un fondant approprié, du métaborate de lithium, puis du nitrate d'ammonium servant à détruire les particules organiques. Le fondant a pour rôle de diminuer les effets d'exaltation et d'absorption provoqués par l'hétérogénéité du mélange. Nous utilisons une dilution fondant-échantillon de 2 /1. Le mélange fondant-échantillon placé dans un creuset de platine taré, rigoureusement propre (pour éviter toute contamination) sera chauffé jusqu'à fusion complète et obtention de la "perle". Le liquide obtenu est versé dans des moules discoïdes.

#### 3.4. PRECISION DES MESURES

Un certain nombre d'erreurs : expérimentales, instrumentales et celles liées à la dilution fondant-échantillon tendent à diminuer la précision des mesures.

Elément analysé	Angle 20°	Cristal anal.	Fente sortie	Tube			Discrimin.		Compteur tension	Amplif.
				Ano.	KV	mA	seuil	canal		
FeK $\alpha$	57,49	LIF	0,4	Au.	40	10	5	20	1650+50	10
MnK $\alpha$	62,95	LIF	0,4	Au	40	50	8	8	1725	10
TiK $\alpha$	86,13	LIF	0,4	Cr	40	20	6	12	1725	10
CaK $\alpha$	113,11	LIF	0,4	Cr	40	10	6	12	1725	10
K K $\alpha$	50,57	Pet	0,4	Cr	40	30	6	12	1725	10
P K $\alpha$	140,75	Ge	0,4	Cr	40	50	6	12	1780	20
SiK $\alpha$	109,09	Pet	0,4	Cr	40	50	6	12	1780	20
AlK $\alpha$	144,90	Pet	0,4	Cr	40	50	6	12	1780	20
MgK $\alpha$	44,75	KAP	0,4	Cr	40	50	6	12	2830 (méthane)	20
BaK $\alpha$	86,95	LIF	0,15	Cr	40	50	8	8	1875	20

Tableau 2.13.- Conditions expérimentales de l'analyse en fluorescence X  
(sur Siemens type SRS séquentiel)



Les mesures expérimentales interviennent lors de la préparation des perles. Pour évaluer ces erreurs, nous fabriquons en même temps, une perle de composition connue.

Les erreurs instrumentales survenant lors des mesures sur le spectromètre, sont estimées par la mesure d'une perle composée de 100 % de silice.

Une dernière erreur provient de l'éloignement du rapport fondant échantillon.

### 3.5. RESULTATS

Dans un premier tableau (Tableau 2.14), nous donnons le pourcentage des différents éléments ramenés à leur forme oxydée. Nous avons normalisé (Tableau 2.15) ces résultats à 100 % sec. Et enfin, dans le tableau 2.16, nous calculons: le nombre d'ions correspondant à une formule structurale de kaolinite à 18 oxygènes.

L'analyse chimique de nos échantillons comparée à des analyses typiques correspond bien à des compositions chimiques de kaolinite.

Les kaolinites montrent des résultats d'analyse chimique très proches sauf en ce qui concerne la silice, le fer et certains cations.

Hallam top et Pittong middle présentent un excès de silice. Rappelons que ces argiles présentent une forte viscosité. L'excès de silice confirme pour Hallam top, l'analyse dont nous disposons (tableau 1,7).

La réaction de formation de kaolinite à partir d'un feldspath alcalin montre un départ de  $\text{Si(OH)}_3$  qui est en général lessivé avec les cations. Si le drainage est mauvais, comme dans le cas d'Hallam, la silice peut rester sur place et si les conditions de pH sont favorables précipiter sous forme de silice amorphe.

Le fer est en proportion supérieure (fig. 2.31) pour Hallam bottom rouge, Pittong top et Bulla top, middle et bottom. Ces échantillons présentent une viscosité moyenne à forte, une couleur jaune à rouge due à la présence de fer.

Nous avons vu que le gisement d'Hallam présente un mauvais drainage. Les alcalins peuvent rester sur place.

Echantillons	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	BaO	MnO	Perte au feu	Total
<u>Hallam</u> Top	46,46	37,33	0,57	0,22	0,28	0,13	0,17	0,82	0,12	0,01	0,00	13,93	100,06
" Middle	46,10	37,32	0,66	0,30	0,17	0,05	0,82	1,06	0,01	0,01	0,00	13,18	99,60
" Bottom	46,19	37,37	0,61	0,24	0,08	0,13	0,09	0,76	0,04	0,00	0,00	14,02	99,69
" Bottom rouge	46,34	37,01	1,49	0,23	0,17	0,12	0,10	0,73	0,10	0,00	0,00	14,09	100,57
<u>Lal Lap</u> Top	45,46	38,05	0,69	0,11	0,04	0,07	0,05	0,94	0,02	0,01	0,00	13,93	99,37
" Middle	45,20	38,42	0,09	0,08	0,02	0,08	0,05	1,02	0,01	0,01	0,00	14,12	99,10
" Bottom	45,48	38,35	0,08	0,09	0,03	0,09	0,07	0,83	0,02	0,01	0,00	14,05	99,10
<u>Pittong</u> Top	45,48	37,31	0,85	0,11	0,15	0,03	0,15	0,85	0,02	0,01	0,00	14,72	99,70
" Middle	47,66	36,88	0,45	0,12	0,05	0,07	0,14	0,44	0,01	0,00	0,00	13,94	99,78
" Bottom	45,53	37,96	0,48	0,11	0,04	0,12	0,09	0,86	0,02	0,01	0,00	14,15	99,40
<u>Bulla</u> Top	45,98	35,90	1,51	0,42	0,29	0,13	0,20	1,99	0,16	0,02	0,00	13,86	100,67
" Middle	45,73	36,20	1,40	0,39	0,27	0,13	0,51	1,33	0,20	0,02	0,00	13,51	99,86
" Bottom	46,08	35,93	1,04	0,36	0,42	0,09	0,71	1,45	0,17	0,02	0,00	13,25	99,82
Kaolinite (DEER, HOWIE, ZUSSMAN, 1966)	45,80	35,55	0,75	0,14	0,41	-	0,03	-	-	-	-	14,09	100,00
<u>Fuji</u>	46,18	38,17	0,38	0,06	0,07	0,03	0,30	0,83	0,14	0,01	0,00	14,32	100,60

Tableau 2.14.- Analyse chimique en pourcentage de poids

ECHANTILLONS	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	BaO	MnO	TOTAL
1 Hallam top	53,9	43,3	0,6	0,3	0,3	0,1	0,2	0,9	0,1	-	-	99,7
2 " middle	53,3	43,2	0,3	0,3	0,2	-	0,9	1,2	-	-	-	99,9
3 " bottom	53,9	43,6	0,7	0,4	0,1	0,1	0,1	0,8	-	-	-	99,7
4 " bottom rouge	53,6	42,8	1,7	0,3	0,2	0,1	0,1	1,1	0,1	-	-	99,7
5 Lal Lal top	53,2	44,5	0,8	0,1	-	-	-	1,1	-	-	-	99,7
6 " middle	53,1	45,2	0,1	-	-	-	-	1,2	-	-	-	99,7
7 " bottom	53,4	45,1	0,1	0,1	-	-	-	1,1	-	-	-	99,7
8 Pittong top	53,5	43,9	1,0	0,1	0,1	-	0,1	1,0	-	-	-	99,7
9 " middle	55,5	42,9	0,5	0,1	-	-	0,1	0,5	-	-	-	99,6
10 " bottom	53,4	44,5	0,6	0,1	-	0,1	0,1	1,0	-	-	-	99,8
11 Bulla top	52,9	41,4	1,7	0,5	0,4	0,1	0,3	2,3	0,2	-	-	99,8
12 " middle	52,9	41,9	1,6	0,5	0,3	0,1	0,6	1,5	0,2	-	-	99,6
13 " bottom	53,2	41,8	1,3	0,4	0,5	0,1	0,8	1,7	0,2	-	-	99,7
Kaolinite (DEER, HOWIE, ZUSSMAN)	52,8	41,0	0,8	0,2	0,5	-	-	-	-	-	-	95,4
14 Fuji	53,5	44,2	0,4	-	-	-	0,3	1,0	0,2	-	-	99,4

Tableau 2.15.- Analyse chimique normalisée à 100 % en poids sec

	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
Si	4,02	3,88	4,11	3,98	3,97	3,94
Al	-	0,12	-	0,02	0,03	-
Al	3,81	3,97	3,76	3,69	3,84	4,01
Ti	0,05	0,00	0,25	0,07	0,05	-
Fe	0,04	0,02	0,03	0,09	0,02	0,04
Mn	-	-	-	-	-	0,01
Mg	0,03	0,01	0,01	0,05	0,01	-
Ca	0,03	-	-	0,03	-	0,02
Na	0,02	0,03	-	0,02	-	0,04
K	0,02	-	-	0,02	-	0,00
OH	8,05	8,09	8,026	8,06	8,21	7,98

- (1) Hallam top
- (2) Lal Lal middle
- (3) Pittong middle
- (4) Bulla top
- (5) Fuji
- (6) Kaolinite (DEER, HOWIE, ZUSSMAN, 1966)



Tableau 2.16.- Nombre d'ions correspondant à une formule structurale à 18 oxygènes

Il faut 4 ions dans la couche tétraédrique, ce qui utilise 4 Si. La couche octaédrique demande 4 ions, les 4 Al. Enfin les 8 OH prennent place autour des oxygènes de la couche octaédrique. Soit la formule  $Si_4 Al_4 O_{10} (OH)_8$ . Pour obtenir les 4 éléments en position tétraédrique, il est parfois nécessaire de prendre un peu d'Al par substitution. Il peut y avoir adsorption de cations (Ca, Na, K).

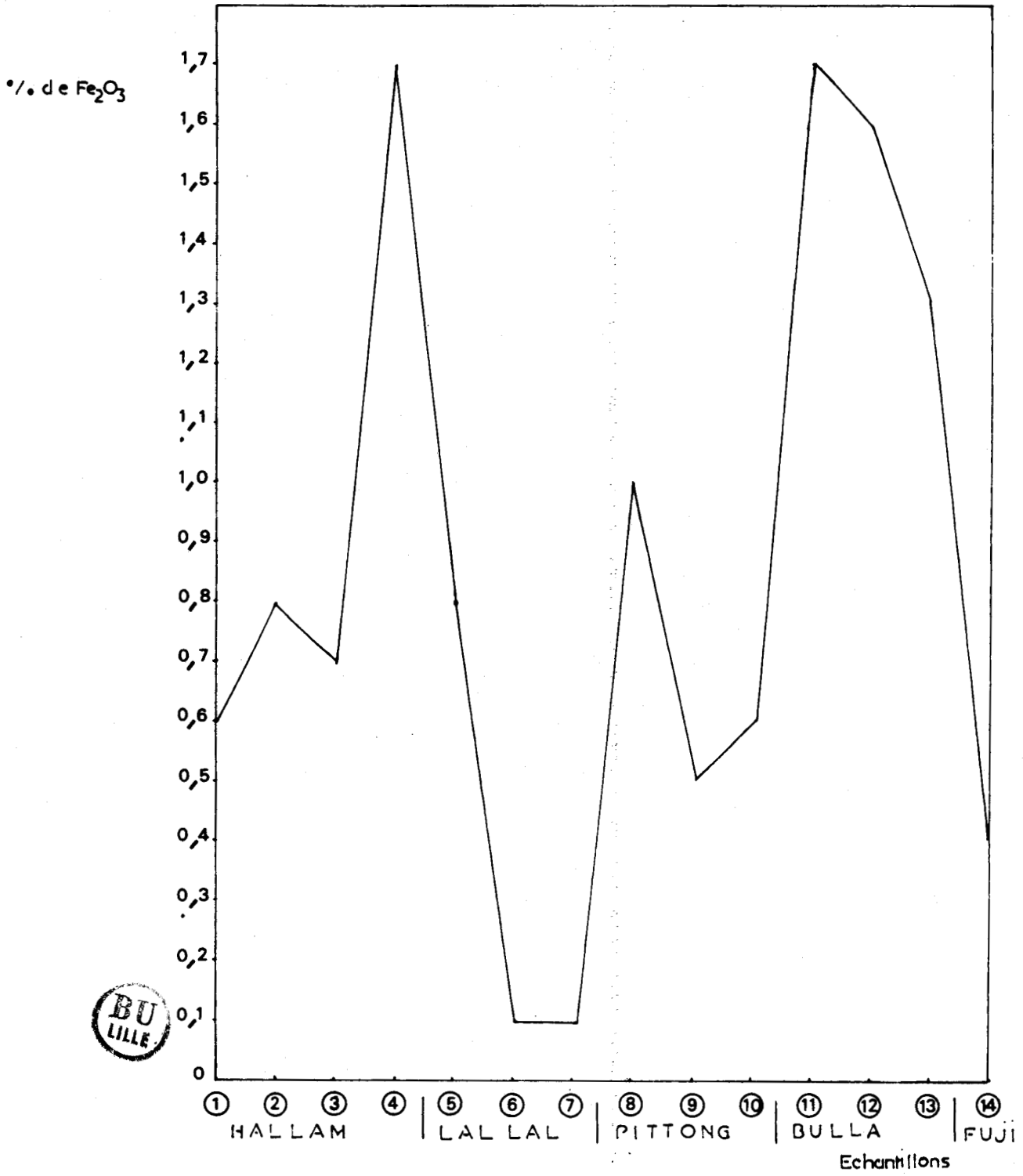


Fig. 2.31.- Proportion de  $Fe_2O_3$

Nous avons comparé différents résultats des couples MgO, CaO, d'une part et Na<sub>2</sub>O K<sub>2</sub>O d'autre part. MgO et CaO sont en proportion plus importante dans Hallam et Bulla par rapport à Lal Lal et Pittong. Na<sub>2</sub>O et K<sub>2</sub>O est très important dans Hallam et Bulla. Les cations Ca<sup>++</sup>, Mg<sup>++</sup>, Na<sup>+</sup> et K<sup>+</sup> jouent un rôle important dans l'attraction entre les particules et la diminution du potentiel électrocinétique. Ces problèmes d'attraction sont corrélables à la viscosité.

En faisant la somme des alcalins (fig. 2.32), nous obtenons des proportions importantes pour les échantillons d'Hallam et Bulla (supérieures à 1 %), alors que Lal Lal ne présente pas d'alcalins et que Pittong a une proportion inférieure à 0,3%. Par ailleurs TiO<sub>2</sub> est présent dans tous les échantillons.

Les alcalins, relique de la biotite, sont, sous un drainage normal, lessivé alors que TiO<sub>2</sub> reste sur place.

Nous avons étudié le rapport SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> comparé (Tableau 2.17 et figure 2.33) à la concentration en matière sèche des échantillons argileux; Lal Lal middle qui présente la plus forte concentration en matière sèche pour une viscosité minimale montre le plus faible rapport (118 %) alors que les échantillons à forte viscosité Hallam, Bulla présentent un rapport supérieur (de l'ordre de 125 %).

Pittong middle montre le plus fort rapport Si/Al de toute la série (128 %). Les analyses dont nous disposons (cf. Tableau 1.7, p. 60) ont montré un excès de silice, de même pour Hallam.

Nous pouvons nous demander si l'excès de silice n'est pas un facteur d'augmentation de la viscosité, la silice créant des liaisons Si-OH entre les particules argileuses et favorisant la résistance à l'écoulement.

### 3.5. CONCLUSION

L'analyse chimique de la fraction argileuse, comparable à une analyse de kaolinite fait apparaître d'une part, une proportion importante de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (supérieure à 1 %) dans Hallam bottom rouge, Pittong top et Bulla. (Ces argiles présentent une coloration orange à rouge, que nous attribuons à la présence de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, à l'exception des échantillons de Bulla de couleur blanche); d'autre part, un excès de silice dans Hallam top et Pittong middle et la présence notable de certains cations (Mg<sup>++</sup>, Ca<sup>++</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>) et d'anions tels SO<sub>3</sub> dans Hallam et Bulla. Il semble possible pour Hallam que la silice et les ions soient restés au sein des argiles n'ayant pas été lessivés. Nous avons vu lors de l'étude des systèmes eau-argile (Chapitre 2) que les ions peuvent être adsorbés à la surface des argiles et provoquer une diminution du potentiel électrocinétique, mais que le phénomène s'inverse lorsqu'ils sont en excès, la dispersion devenant moins bonne et une augmentation de la viscosité pouvant s'observer.



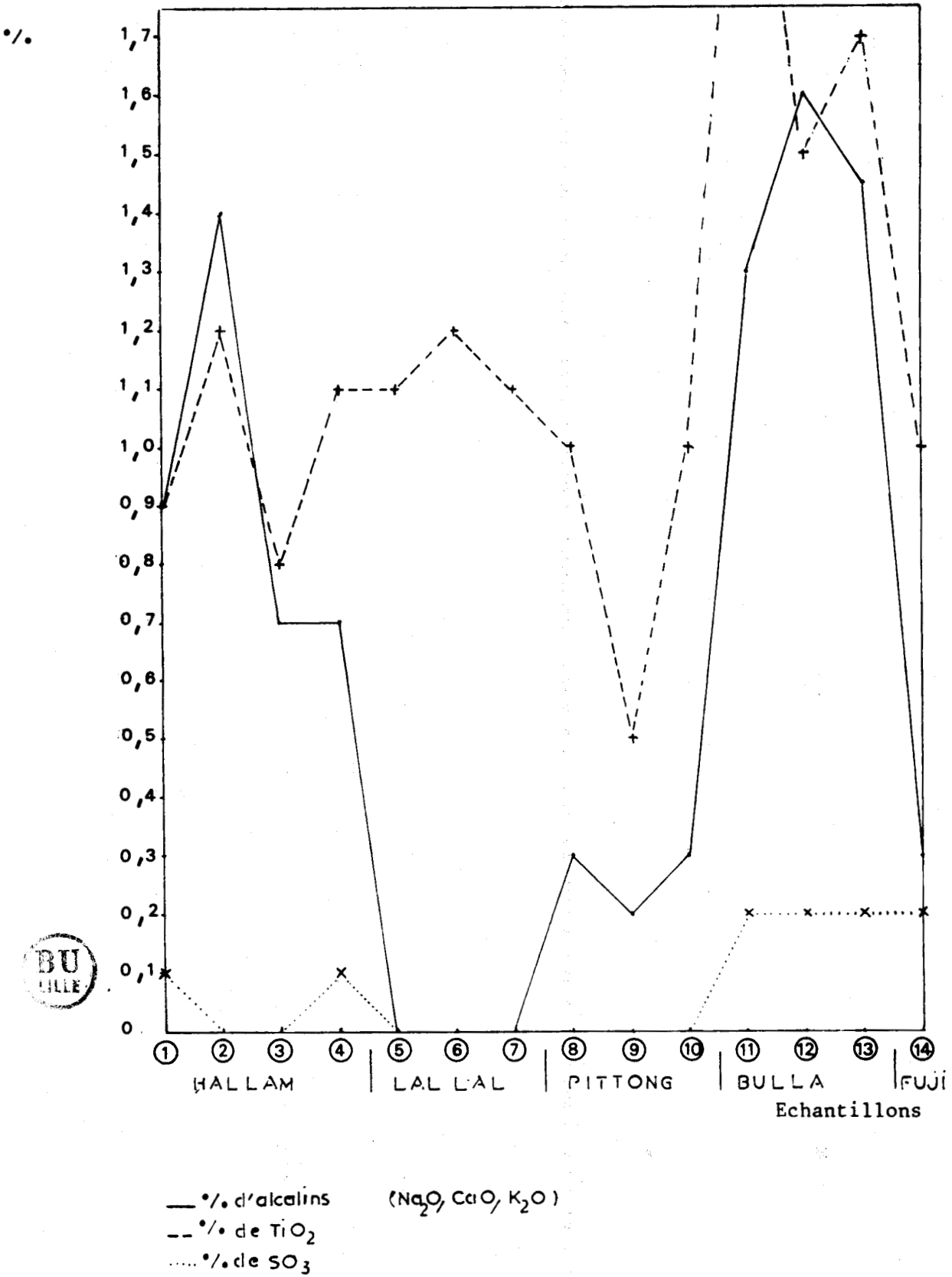


Fig. 2.32.- Proportions d'alkalis, de TiO<sub>2</sub> et de SO<sub>3</sub>

Echantillons	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3} \times 100$	Concentration en matière sèche en % (solids loading)
1 Hallam top	46,46	37,33	123,46 - 123	50
2 middle	46,07	37,32	124,45 - 124	53
3 bottom	46,19	37,37	123,59 - 124	56
4 bottom rouge	46,34	37,01	125,21 - 125	49
5 Lal Lal top	45,46	38,05	119,48 - 119	68
6 middle	45,20	38,42	117,63 - 118	68
7 bottom	45,48	38,35	118,57 - 119	68
8 Pittong top	45,48	37,31	121,89 - 122	57
9 middle	47,66	36,88	129,23 - 129	62
10 bottom	45,53	37,96	119,94 - 120	57
11 Bulla top	45,98	35,90	128,07 - 128	49
12 middle	45,73	36,20	126,30 - 126	50
13 bottom	46,08	35,93	128,24 - 128	44
14 Fuji	46,18	38,17	121,00 - 121	62.

Tableau 2.17.- Relation entre SiO<sub>2</sub> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et la concentration en matière sèche des échantillons de kaolinite



Les résultats obtenus par l'étude en fluorescence X vont être précisés par diffractométrie. Cette étude va nous permettre la détermination de la composition minéralogique, nous pourrons préciser si la silice en excès ne provient pas d'impuretés de quartz. Par ailleurs, la diffractométrie permet l'étude structurale de la fraction argileuse.

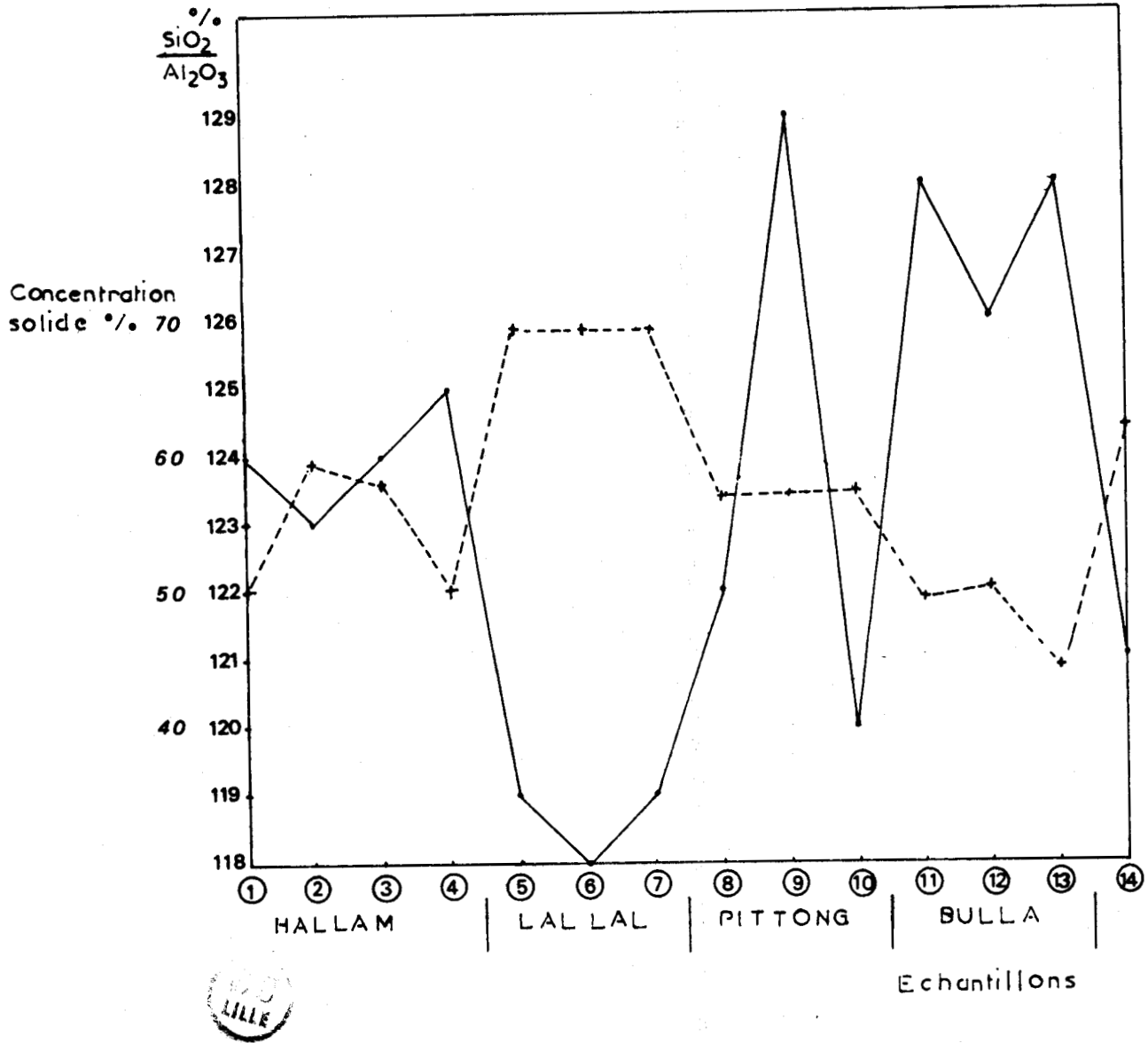


Fig. 2.33.- Proportion de  $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$  comparée à la concentration solide

# Chapitre 4

Analyse minéralogique  
par diffractométrie

#### IV - ANALYSE DE LA FRACTION ARGILEUSE PAR DIFFRACTOMETRIE

##### 4.1. INTERET DE L'ETUDE

L'étude de la fraction argileuse à l'aide des rayons X permet d'une part la détermination minéralogique, d'autre part, l'étude structurale.

L'analyse chimique menée à bien, a confirmé la nature kaolinique de la fraction argileuse.

L'étude de la composition minéralogique permet de déceler la présence de minéraux comme la montmorillonite. CASES *et al* (1982) ont montré que la montmorillonite, même en faible proportion, altère les qualités de la kaolinite en augmentant sa viscosité.

L'analyse chimique globale montrait un excès de silice pour les échantillons Hallam top et Pittong middle. L'étude aux rayons X pourra déterminer si cet excès ne correspond pas à des impuretés de quartz.

MURRAY (1956) puis CASES *et al* (1980), entre autres, corrèlent le degré de cristallinité à la viscosité des particules argileuses. Ils montrent que les kaolinites ayant un haut degré de perfection, celles de Georgie, par exemple sont de bonnes kaolinites pour le couchage, c'est-à-dire que leur viscosité est faible mais que, par ailleurs, cette viscosité augmente s'ils contiennent des impuretés (comme la montmorillonite).

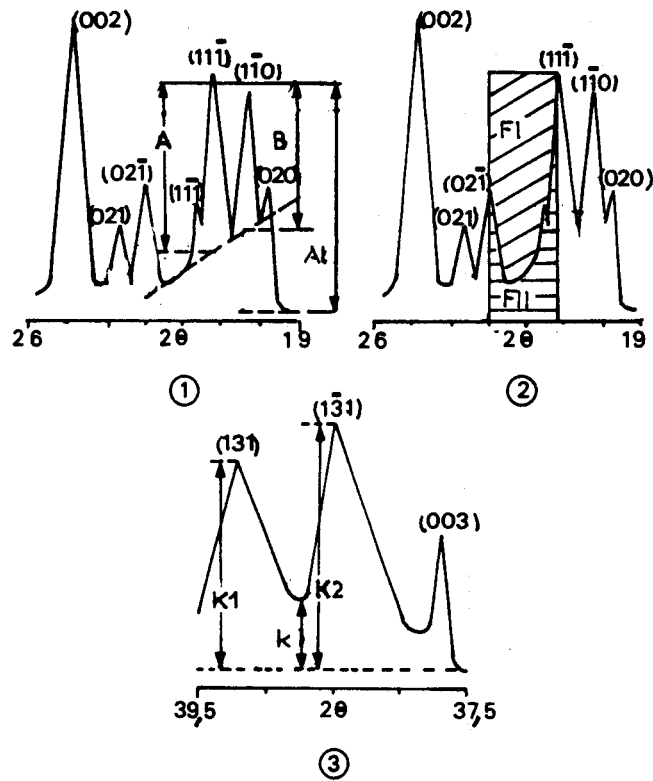
La diffractométrie va donc nous permettre l'identification des échantillons étudiés. Elle va en outre nous donner une idée de la cristallinité par l'observation de l'étalement de certains pics.

##### 4.2. MODIFICATIONS DES DIAGRAMMES DE RAYONS X DUES A DES DEFAUTS DE STRUCTURE

Plusieurs facteurs peuvent permettre de distinguer un rayonnement de kaolinite quelconque à un rayonnement de kaolinite bien cristallisée.

- Défauts géométriques par distorsion des feuillets

La distorsion est possible grâce à la souplesse des feuillets de kaolinite. Au niveau de l'enregistrement, ces défauts élargissent les pics



(1) HINCKLEY  $I_c = \frac{A + B}{A_t}$

(2) RANGE, RANGE & WEISS  $QF = \frac{F_{II}}{F_I + F_{II}}$

(3)  $R_2 = \frac{1/2 (K_1 + K_2) - k}{1/3 (K_1 + K_2 + k)}$

Fig. 2.34. - Définition des tests de cristallinité sur les kaolinites (CASES et al., 1980)



- Défauts à l'intérieur du réseau du feuillet

Ces défauts sont dus, par exemple, à des substitutions isomorphiques, à des atomes supplémentaires intercalaires ou à des sites vacants. Ils entraînent des distorsions locales du réseau et peuvent se manifester par des diffractions supplémentaires.

En effet, dans tous ces cas, existent des diffusions aux rayons X qui n'interfèrent pas avec les raies diffractées.

- Désordre d'empilement des feuillets dans un même cristallite

Les forces de cohésion entre feuillets sont généralement plus faibles que celles existant au sein du feuillet. Les positions des feuillets les uns par rapport aux autres sont donc relativement variables.

On peut aller d'un ordre parfait à un désordre turbostratique en passant par un désordre translationnel (CAILLERE *et al*, 1982). La nature de ce désordre modifie les profils des bandes  $hk0$  sans modification des diffractions  $(00l)$ . Les pics peuvent se recouvrir.

Les profils des pics  $(hk0)$  peuvent varier jusqu'à des extinctions ou jusqu'à un déplacement appréciable des maxima.

On étudiera :

- la distance entre feuillets : sur les diffractions  $(00l)$
- l'ensemble des autres caractéristiques sur les diffractions  $(hk0)$ .

#### 4.3. APPRECIATION DE LA CRISTALLINITE

La présence de défauts de cristallinité dans les particules de kaolinite entraîne la modification des caractéristiques des raies  $(hk0)$ , certains pics étant simultanément élargies et affaiblies. Elles donnent des bandes de diffraction plus ou moins modulées.

CASE *et al* (1980) essaient une approche quantitative de détermination des défauts cristallins de la kaolinite dans son plan cristallographique  $(\vec{a}, \vec{b})$  en définissant 3 tests de cristallinité.

- test de Hinckley .
- test de Range, Range et Weiss.

Ces deux tests sont définis sur les raies  $(020)$ ,  $(1\bar{1}0)$ ,  $(11\bar{1})$ ,  $(1\bar{1}\bar{1})$  et  $(02\bar{1})$  de la kaolinite et sont sensibles à l'ensemble des défauts dans

le plan  $(\vec{a}, \vec{b})$  mais aussi à la présence de quartz dont la raie (100) s'intercale entre les raies  $(1\bar{1}0)$  et  $(11\bar{1})$  de la kaolinite

- test de  $R_2$  de Lietard, défini sur les raies  $(1\bar{3}1)$  et  $(131)$  est sensible uniquement à la présence de défauts aléatoires dans le plan cristallo-graphique  $(\vec{a}, \vec{b})$ .

Les défauts situés dans le plan cristallographique  $(\vec{a}, \vec{b})$  peuvent être dus :

- . à des défauts consistants en des rotations d'angle  $\pm 2\pi/3$  correspondant peut-être à un déplacement du site octaédrique vacant,
- . à des fautes d'empilement par translation aléatoire des feuillets.

Nous avons déterminé les indices de cristallinité à partir des tests de HINCKLEY et LIETARD. Les résultats ont été reportés dans le tableau 2.18.

Nous pouvons apprécier les fautes d'empilement suivant l'axe c en mesurant la largeur à mi-hauteur de la raie (002).

L'étude des diffractogrammes permet de déceler une kaolinite désordonnée suivant l'axe b, d'une kaolinite bien cristallisée. Les kaolinites désordonnées se caractérisent par la forme étalée des raies (020) et (060). Elles ne montrent pas, par ailleurs, de réflexions entre (002) ( $d = 3,57 \text{ \AA}$ ) et  $(20\bar{1})$  ( $d = 2,56 \text{ \AA}$ ), alors que les kaolinites bien cristallisées donnent 4 diffractions. Les diffractions situées entre 3,5 et 2,5 Å ont un indice k non nul et sont donc susceptibles d'un désordre suivant l'axe b. Leur reconnaissance témoigne d'une bonne cristallinité.

La résolution du doublet  $(11\bar{1})$  et  $(1\bar{1}\bar{1})$  ( $d = 4,18 \text{ \AA}$  et  $4,13 \text{ \AA}$ ) est aussi l'indication d'une bonne cristallinité.

#### 4.4. MESURES AU DIFFRACTOMETRE

Nous utilisons un diffractomètre (Siemens) classique, à compteur à scintillation.

Le faisceau incident utilisé est constitué par la raie  $K\alpha$  du cuivre ( $\lambda = 1,54$ ). L'échantillon à analyser tourne à une vitesse angulaire de 2 degrés par minute.



ECHANTILLON fraction inférieure à 5 microns	Indice HINCKLEY Ic	Indice R <sub>2</sub>	1002
Hallam top	0,98	n-d	0,25
middle	0,55	1,24	0,40
bottom	n-d.	n-d	
Lal Lal top	1,22	1,10	0,45
middle	1,65	1,15	0,40
bottom	1,28	1,41	0,35
Pittong top	0,83	n-d	0,65
middle	1,29	1,24	0,65
bottom	1,30	1,03	0,57
Bulla top (B <sub>1</sub> )	1,21	1,22	0,20
(B <sub>3c</sub> )	1,41	n-d	0,30
Pyalong	0,71	2,89	0,30
Argile A	1,92	n-d	0,45

Tableau 2.13.- Résultats des tests de cristallinité



Nous étudions différentes espèces d'échantillons :

- des fractions inférieures à cinq microns,
- des fractions inférieures à deux microns (obtenues par la méthode pipette), pour déterminer si le degré de cristallinité varie suivant la taille des particules.
- des minéraux retenus par le tamis, lors de la séparation, que nous réduisons à l'état de poudre fine, pour déterminer les minéraux présents à côté de la kaolinite,
- des roches altérées et non altérées réduites à l'état de poudre fine pour déterminer les minéraux de la roche mère.

Les résultats sont reportés dans les tableaux 2.19 et 2.20 (1 à 13)<sup>+</sup>.  
Les pourcentages, reportés Tableau 2.19 sont calculés approximativement.

#### 4.5. INTERPRETATION

##### - Etude minéralogique

L'étude au diffractomètre (Tableaux 2.19) montre que les minéraux majeurs des fractions inférieures à cinq microns sont la kaolinite (100 % à 80 %) et le quartz (0% à 20 %) . Pour les roches altérées et les résidus du tamis, les diagrammes de rayons X mettent en évidence de la kaolinite souvent en cours de formation, du quartz, du feldspath (albite), du mica noir (biotite ou phlogopite).

Dans l'échantillon provenant de Pyalong (Py 3ac), nous détectons de la montmorillonite en trace.

##### - Etude structurale

Nous déterminons parmi les fractions inférieures à cinq microns les kaolinites désordonnées suivant l'axe b, à savoir Hallam top et bottom, Pittong top, Bulla (B<sub>1</sub>) et Pyalong.

Les kaolinites donnant des diffractogrammes de kaolinites bien cristallisées sont : Hallam middle, Lal Lal middle, Pittong middle, Bulla (B<sub>3c</sub>) .Lal Lal bottom, Pittong bottom, Bulla top, semblent légèrement désordonnées suivant l'axe b.

---

<sup>+</sup> Les tableaux 2.2) (1 à 13) sont reportés en fin de chapitre.

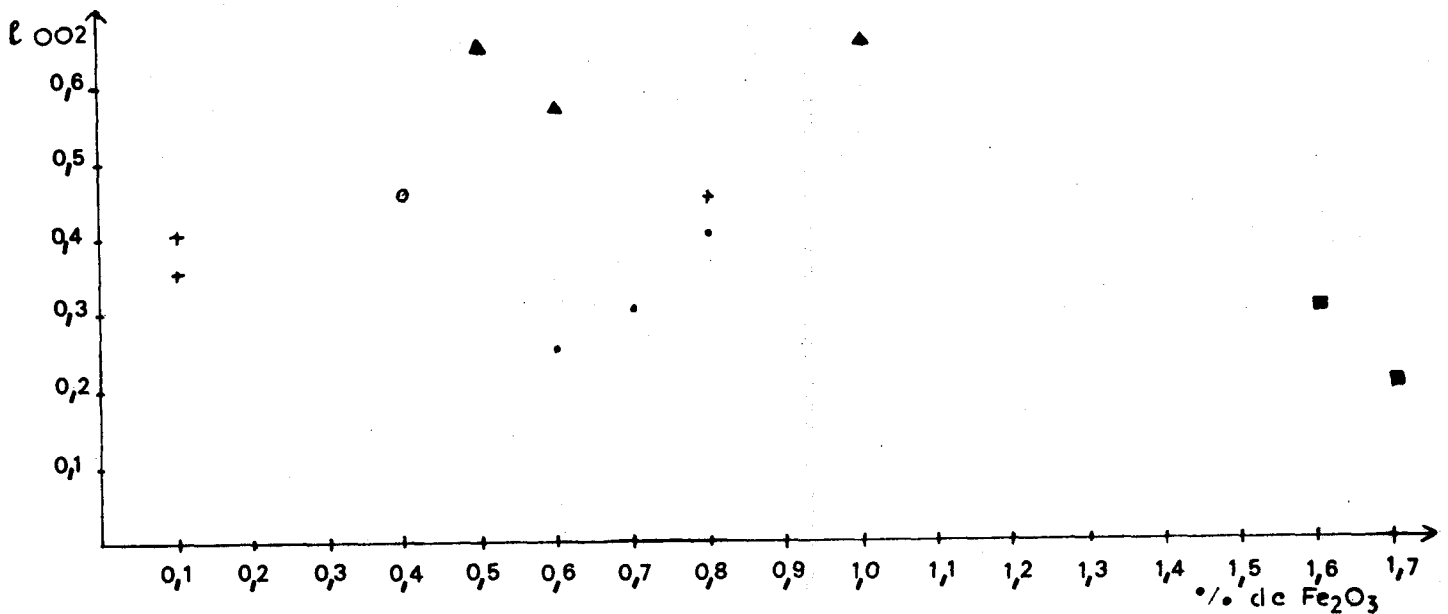
Provenance	Description	K	Q	F	M
<i>hallam</i>					
top	fraction inférieure à 5 microns	100%			
middle	" "	100%			
bottom	" "	100%			
" rouge	" "	100%			
H sc	roche altérée	..	..		
H c	" "	70%	30%		
<i>Lal Lal</i>					
top	fraction inférieure à 5 microns	100%			
middle	" "	100%			
bottom	" "	100%			
<i>Pittong</i>					
top	fraction inférieure à 5 microns	100%			
middle	" "	80%	20%		
middle	fraction inférieure à 2 microns	100%			
bottom	fraction inférieure à 5 microns	100%			
<i>Sulla</i>					
top (B <sub>1</sub> )	fraction inférieure à 5 microns	100%			
middle	" "	100%			
bottom	" "	100%			
B <sub>1</sub> bc	résidu du tamis	.	..		.(biotite)
B <sub>2</sub> c	roche granitique altérée	.	..	.(albite)	.(biotite)
B <sub>3</sub> c	" "	.	..	.(albite)	.. (phlogopite)
<i>Pyaieng</i>					
Py 3ac	fraction inférieure à 5 microns	... + montmorillonite	.		
Py 3bc	résidu du tamis	.	...		
Py 2ac	fraction inférieure à 5 microns	..	.		
Py 2bc	résidu du tamis	.	...		
Rc 5a	fraction inférieure à 5 microns	.	..		
Rc 5c	résidu de la séparation	.	...		
Rc Py	argile rouge	..	..		
<i>Neetun</i>					
N3c	fraction inférieure à 5 microns	.			
N4 bc	" "	..	..		
N1c	granite altéré	.	.	.(albite)	.(biotite)
<i>Fuji (Japon)</i>					
A(Georgie)		100%			
B(Georgie)		80%	20%		
		100%			
<p>K : kaolinite; Q : quartz; F : feldspath; M. mica; m : montmorillonite                  proportion importante ... , moyenne .. , faible .</p>					



Tableau 2.19.- Résultats de l'étude au diffractomètre.

Sur les kaolinites désordonnées, les maxima d'intensité des diffractions 001 correspondent à des distances entre feuillets supérieures à celles de 7,15 Å d'échantillons bien cristallisés. Ces distances peuvent atteindre 7,20 Å. TCHOUBAR *et al* (1982), ont mis en évidence par microscopie électronique haute résolution la présence d'impuretés au sein des empilements. Ces impuretés augmentent la distance moyenne entre feuillets. BONNIN *et al* (1982) pensent, après l'étude de la relation 1002-Fe, que ces impuretés pourraient être des cristallites d'oxydes de fer de très petites dimensions.

Sur la figure suivante, nous comparons la relation entre le test 1002 et le  $Fe_2O_3$  total (mesuré par analyse chimique en fluorescence X - Chapitre III).



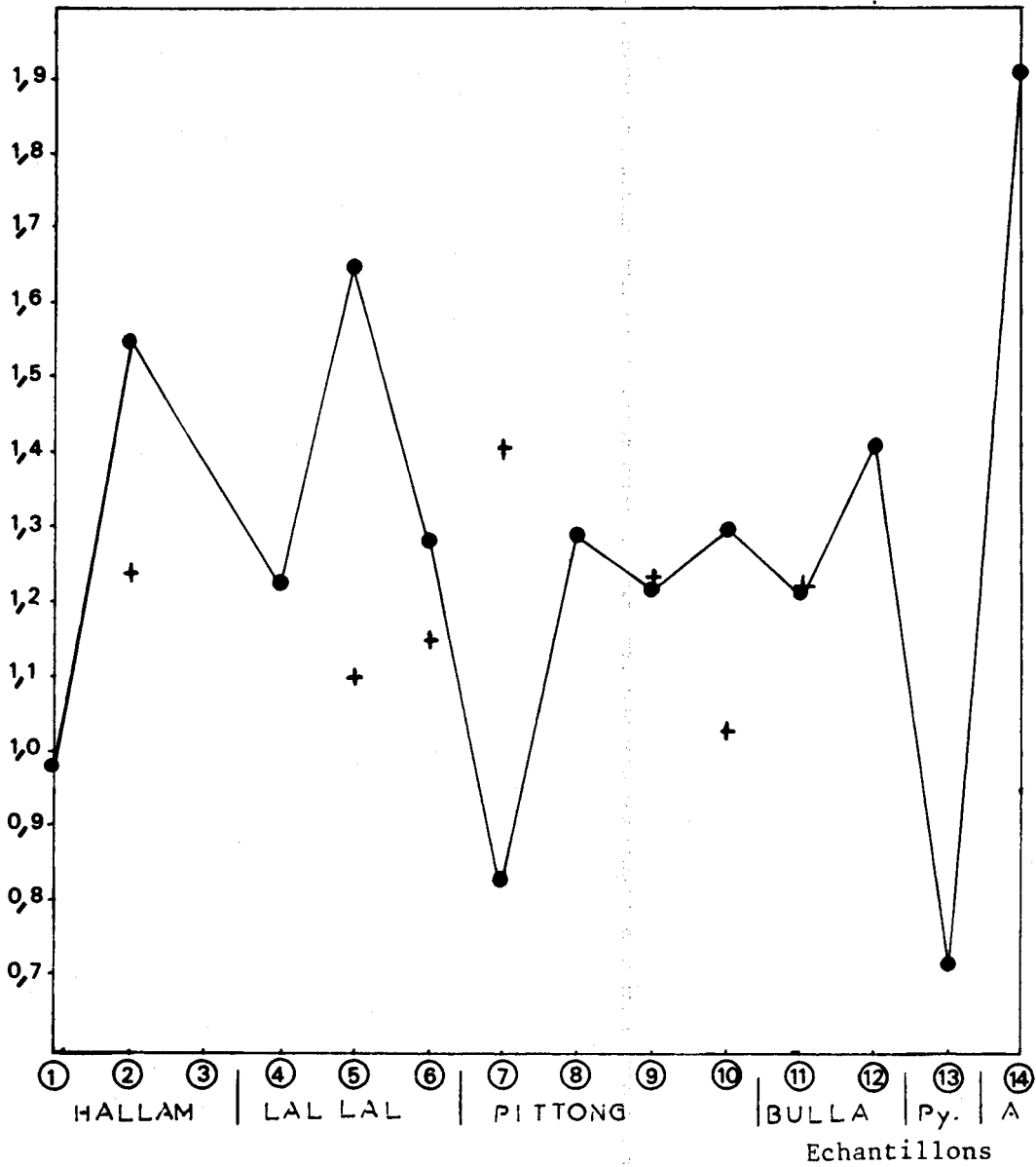
- HALLAM
- + LAL LAL
- ▲ PIT TONG
- BULLA
- FUJI



Fig. 2.36.- Relation entre le résultat au test 1002 et le  $Fe_2O_3$  total

Les tests de cristallinité nous permettent de classer les échantillons par ordre décroissant de cristallinité : kaolinite A de Georgie (prise comme référence), Lal Lal middle, Hallam middle, Bulla (B3c), Pittong bottom, Pittong middle, Lal Lal bottom, Pittong middle (fraction inférieure à 2 microns), Lal Lal top, Bulla top (I), Hallam top, Pittong top, Pyalong.

ndice (mm)



● Ic  
+ R2

Fig. 2.35.- Indices de cristallinité



#### 4.6. CONCLUSION

Les diagrammes obtenus montrent que les échantillons argileux dont nous disposons font partie de la famille des kaolinites. Seule une analyse thermique différentielle pourrait nous permettre de déterminer à quel polymorphe (dickite-nacrite) nous avons affaire. Il faudrait pouvoir analyser si ces trois polymorphes interviennent dans les changements de viscosité. Nous n'avons pu résoudre ce problème dans le cadre de cette étude.

L'étude de la cristallinité par l'étalement de certains pics, montre que les échantillons qui présentaient une forte viscosité (cf. fig. 2.20,28) à savoir Hallam top et bottom sont désordonnées suivant l'axe b alors que Lal Lal middle à faible viscosité est bien cristallisée.

Il est à noter cependant que des échantillons (par exemple, Lal Lal top, Pittong top et middle) qui présentent un désordre d'empilement des feuilletts se classaient parmi les argiles à faible viscosité. Les défauts d'empilement des feuilletts n'influencent pas directement la viscosité mais ils favorisent l'augmentation de la capacité d'échange cationique (THIRY, 1932). Nous avons vu dans les chapitres précédents l'importance de ces phénomènes d'échange cationique sur la viscosité des systèmes eau-argile.

Les kaolinites d'Hallam soumises à des alternatives d'humectation et de dessiccation subissent une transformation physique les faisant passer de la forme kaolinite à des kaolinites désordonnées.

Les résultats aux tests de cristallinité (fig. 2.35) montrent que le plus faible indice d'Hinckley est obtenu pour les échantillons d'Hallam (0,55) alors que le plus fort est obtenu pour le kaolin A de Georgie (1,92). Lal Lal et Pittong présentent un indice moyen de l'ordre de 1,30.

Il n'a pas été possible d'établir des comparaisons pour le test  $R_2$ , les raies de diffraction  $(\bar{1}31)$   $(131)$  étant étalées dans la majorité des diagrammes étudiés.

Les meilleurs résultats au test 1002 sont obtenus pour les échantillons de Pittong (0,65) et les valeurs les plus faibles (0,25) pour Hallam top. En comparant l'ensemble des valeurs, les fautes d'empilement suivant l'axe c ne semblent pas être corrélables à la viscosité, Hallam et Lal Lal présentant des indices 1002 du même ordre de grandeur.

L'étude au diffractomètre nous permet de corréliser la viscosité au désordre d'empilement des feuilletts d'argile, MURRAY et LYONS (1956), entre autres, ont étudié les relations entre l'ordre de cristallinité

et le développement morphologique et ont corrélié les caractéristiques structurales des kaolinites déterminées par diffraction X à leurs caractéristiques morphologiques et d'assemblages observées au microscope électronique.

Dans l'étude suivante, aux microscopes nous allons donc nous attacher à observer les caractéristiques morphologiques et les modes de groupement de nos échantillons.

Provenance	allure du pic	I	d(Å)	d(calc.)	d(Brindley)	hkl	
Hallam top inférieure à 5 microns de sordonnée suivant l'axe b	aigu	10	7,19	7,15	7,16	001	
	élargi	1	4,44	4,469	4,46	020	
		1	4,39	4,370	4,36	110	
	bande	-	-	4,332	-	110	
		1	4,21	4,172	4,18	111	
		1	4,12	4,125	4,13	111	
		-	-	3,849	3,84	021	
	aigu	10	3,57	3,573	3,57	002	
		bande	-	-	2,565	2,5	201
	-		-	2,557	-	130	
	-		-	2,512	-	131	
	aigu	2	2,38	2,387	2,38	003	
		élargi	1	2,33	2,341	2,341	131
			-	-	2,316	-	131
Hallam middle inférieure à 5 microns		10	7,19	7,15	7,16	001	
		4	4,45	4,469	4,46	020	
		5	4,35	4,370	4,36	110	
		-	-	4,332	-	110	
		5	4,19	4,172	4,18	111	
		1	3,95	4,125	4,13	111	
		3	3,35	3,849	3,84	021	
		1	3,73	3,736	3,74	021	
		10	3,57	3,573	3,57	002	
		-	-	3,423	-	111	
		1	3,37	3,370	3,37	111	
		-	-	3,148	3,14	112	
		-	-	3,098	3,09	112	
		-	-	2,838	-	022	
		1	2,75	2,748	2,75	022	
		-	-	2,566	-	130	
		2	2,56	2,563	2,56	201	
		-	-	2,548	-	130	
		-	-	2,530	-	131	
		1	2,53	2,529	2,53	112	
		-	-	2,500	-	131	
		2	2,49	2,493	2,49	200	
		-	-	2,403	-	112	
		4	2,37	2,383	2,38	002	
	-	-	2,342	-	202		
	2	2,34	2,341	2,34	100		
	-	-	2,335	-	113		
	-	-	2,301	-	131		
	1	2,29	2,288	2,28	131		



Tableau 2.20, 1.2.- Etude des raies de diffraction



Provenance	Allure du pic	I	d(Å)	d(Calc.)	d(Brindley)	hki		
Hallam bottom inférieure à 5 microns désordonnée suivant l'axe b	aigu	10	7,19	7,159	7,18	001		
		1	4,45	4,469	4,46	02		
	↓	bande		4,39	4,370	4,36	110	
					4,332		110	
					4,21	4,172	4,18	111
					4,11	4,125	4,13	111
	aigu	10	3,57	3,573	3,57	002		
	aigu	2	2,38	3,383		003		
	élargi	1	2,33	2,335		111		

Tableau 2.20, 3.- Etude des raies de diffraction

Pour kaolinite :

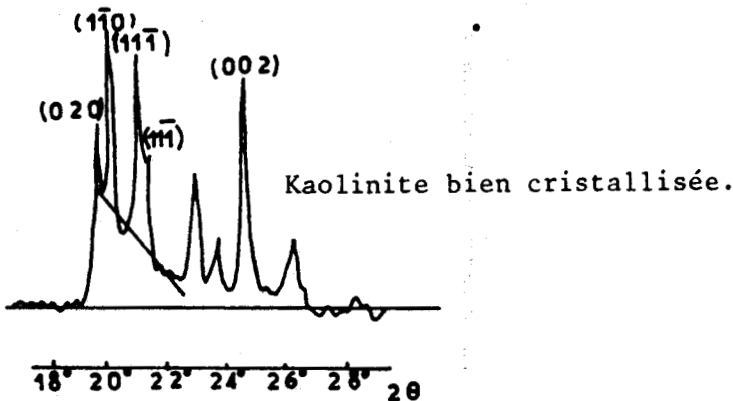
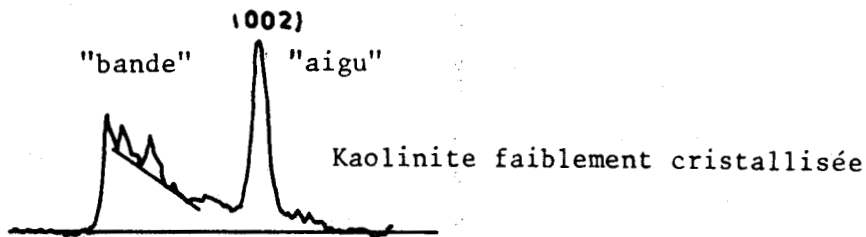
d (Calc.) à partir de  $a = 5,15 \text{ \AA}$ ,  $b = 8,95 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,39 \text{ \AA}$  :  $\alpha = 91,8^\circ$ ,  
 $\beta = 104,5^\circ$ ,  $\gamma = 103^\circ$

Pour kaolinite désordonnée suivant l'axe b :

d (Calc.) à partir de  $a = 5,157 \text{ \AA}$  ;  $b = 8,933 \text{ \AA}$  ;  $c = 7,394 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 104,5^\circ$

L'allure du pic indique si la raie est aiguë ou diffuse et les flèches montrent la direction vers laquelle la raie est diffuse.

d (Brindley) provient d'une kaolinite de Tanganyika (BRINDLEY, 1961 in BROWN, 1961)



Provenance	Allure du pic	I	d (A)	d (calc.)	d(Brindley)	hkl
Lal Lal middle inférieure à 5 microns		10	7,18	7,15	7,16	001
		1	4,45	4,469	4,46	020
		3	4,35	4,370	4,36	110
				4,332	-	110
		3	4,19	4,172	4,18	111
		2	4,15	4,125	4,13	111
		2	3,85	3,849	3,84	021
		2	3,72	3,736	3,74	021
		10	3,56	3,573	3,57	002
				3,423	-	111
		1	3,36	3,370	3,37	111
				3,148	3,14	112
				3,098	3,09	112
		1	2,75	2,838	2,75	022
		2,748		022		
Lal Lal top inférieure à 5 microns désordonnée suivant l'axe b		10	7,19	7,15	7,16	001
		1	4,37	4,469	4,46	020
				4,370	4,36	110
				4,332		110
		2	4,19	4,172	4,18	111
		1	4,12	4,125	4,13	111
		2	3,82	3,849	3,84	021
		1	3,72	3,736	3,74	021
		10	3,57	3,573	3,57	002
				2,565	2,565	201
				2,557		130
				2,512	2,50	131
				2,496		200
		4	2,37	2,387	2,38	003
		2	2,30	2,341	2,34	131
				2,316		131
		1	2,99	2,219	2,20	132
				2,192		201
				1,992	1,99	203
				1,965		132
		1,869		133		
		1,843		202		
2	1,79	1,789	1,79	004		
Lal Lal bottom légèrement inférieur à 5 microns désordonnés suivant l'axe b		10	7,13	7,15	7,16	001
		2	4,44	4,469	4,45	020
				4,370	4,36	110
		3	4,30	4,332		110
				4,172	4,18	111
		3	4,11	4,125	4,13	111
		1	3,86	3,849	3,84	021
		1	3,75	3,736	3,74	021
		10	3,55	3,553	3,57	002
				3,423		111
		1	3,35	3,37	3,37	111
				3,148	3,14	112
				3,098	3,09	112
				2,838		022
				2,748	2,75	022
		1	2,55	2,565	2,56	201
				2,557		130
		1	2,51	2,512	2,50	131
		1	2,43	2,496		200
		3	2,37	2,387	2,38	003
		2,341	2,34	131		
2	2,32	2,316		131		
1	2,23	2,219	2,21	132		
		2,192		201		
1	1,98	1,992	1,99	203		
		1,965		132		
		1,869		133		
		1,843		202		
2	1,78	1,789	1,79	004		



Tableau 2.20, 4.5.6.- Etude des raies de diffraction

Provenance fraction	Allure du pic	l	d(Å)	c (Calc.)	d(Bünckey)	hkl
Pittong top inférieure à 5 microns désordonné suivant l'axe b	aigu	10	7,19	7,159	7,15	001
	bande	4	4,47	4,466	4,48	020
	aigu	10	3,56	3,579	3,58	002
				2,565	2,56	20T
				2,557		130
				2,512	2,50	13T
				2,496		200
	bande	4	2,38	2,387	2,39	003
				2,341		13T
				2,316		131
				2,219		132
				2,192		201
				1,992		203
				1,965		132
				1,869		133
				1,843		202
			4	1,79	1,789	1,79
Pittong middle inférieure à 2 microns désordonnée suivant l'axe b		10	7,19	7,16	7,16	001
		2	4,45	4,469	4,46	020
		2	4,37	4,370	4,36	1T0
		1	4,31	4,332		110
		2	4,15	4,172	4,18	11T
	élargi	1	4,12	4,125	4,13	1T1
		2	3,8	3,849	3,84	02T
	aigu	1	3,74	3,736	3,74	021
		10	3,57	3,753	3,57	002
	aigu	1	2,56	2,565	2,56	20T
				2,557		130
	aigu	1	2,53	2,512	2,50	13T
	aigu	2	2,49	2,496		200
	aigu	3	2,38	2,387	2,38	003
	bande	1	2,34	2,341	2,34	13T
				2,316		131
				2,219	2,20	132
			2,192		201	
			1,992	1,99	203	
			1,965		132	
			1,869		133	
			1,843		202	
aigu		1	1,79	1,789	1,79	004



Tableau 2.20, 7.8.- Etude des raies de diffraction

Provenance	Allure du pic	h	d(°)	d(Calc.)	d(Brindlev)	
Pitong middle inférieure à 5 microns  (quartz)		10	7,19	7,15	7,16	001
		1	4,46	4,469	4,46	020
		2	4,36	4,370	4,36	100
		(6)	(4,27)	4,332	(4,27)	110
		3	4,18	4,172	4,18	100
		1	3,05	3,849	3,04	111
		10	3,57	3,573	3,57	021
				3,423		002
				3,370	3,37	111
		(10)	(3,35)	(3,343)		101
				3,148	3,14	112
				3,098	3,09	112
				2,838		022
				2,748		022
		1	2,56	{ 2,566 2,563 2,548	2,56	130
				{ 2,530 2,520	2,53	201
				{ 2,500 2,490	2,491	130
		2	2,49	{ 2,483 3,383		131
		(2)	(2,281)	(2,282)		112
		(1)	(2,237)	(2,237)		102
		(1)	(2,130)	(2,128)		111
		(2)	(1,993)	(1,980)		200
		(2)	(1,798)	(1,811)		201
		(1)	(1,672)	(1,669)		202
		(1)	(1,653)	(1,659)		203
		(1)	(1,541)	(1,537)		211
		(2)	(1,382)	(1,381)		212
		(7)	(1,375)	(1,378)		203
(6)	(1,372)	(1,368)		301		



Tableau 2.20, 9.- Etude des raies de diffraction

Provenance	Allure du pic	I	d(Å)	d(Calc.)	d(Brindley)	hkl
<i>Pittong bottom</i>						
inférieure à 5 microns	aigu	10	7,16	7,15	7,16	001
légèrement désordonnée	bande	1	4,45	4,469	4,46	020
suivant l'axe b				4,370	4,36	10
				4,332		110
		2	4,19	4,172	4,18	111
				4,125	4,13	111
		2	3,85	3,849	3,84	021
				3,736	3,74	021
		10	3,56	3,573	3,57	002
				3,423		111
		1	3,37	3,370	3,37	111
				3,148	3,14	112
				3,098	3,09	112
				2,938		022
				2,748	2,75	022
				{ 2,566 }		130
		1	2,56	{ 2,563 }	2,56	201
				{ 2,543 }		130
		1	2,53	{ 2,530 }	2,52	131
				{ 2,520 }		112
				{ 2,500 }		131
		1	2,49	{ 2,490 }	2,49	200
				{ 2,483 }		112
		4	2,38	2,383	2,38	003
				{ 2,432 }		202
		4	2,34	{ 2,341 }	2,34	131
				2,335		113
		1	2,29	{ 2,301 }	2,28	131
				{ 2,288 }		131

Tableau 2.20, 10.- Etude des raies de diffraction



Provenance <sup>11</sup>	Allure du pic	I	d(Å)	d (Calc.)	d(Brindley)	hkl	
Bulla (1) légèrement désordonné suivant l'axe b inférieure à 5 microns	aigu	10	7,13	7,15	7,16	001	
	aigu	2	4,46	4,469	4,46	020	
	aigu	2	4,34	4,370	4,36	100	
	aigu	2	4,17	4,172	4,16	110	
	bande			4,125	4,13	111	
			1	3,85	3,849	3,84	021
			1	3,74	3,736	3,74	021
	aigu	10	3,56	3,573	3,57	002	
				3,423		111	
	aigu	2	3,36	3,370	3,37	111	
	bande	1	2,56	2,565	2,56	201	
				2,557		130	
				2,512	2,50	131	
			1	2,49	2,496		200
	aigu	2	2,38	2,387	2,39	003	
aigu	2	2,33	2,341	2,34	202		
			2,316		131		
aigu	1	2,29	( 2,301 ( 2,288	2,29	131		
B 3C <sup>12</sup>		8	7,14	7,15	7,16	001	
				4,469	4,46	020	
		3	4,37	4,370	4,36	100	
		2	4,33	3,332		110	
		4	4,16	4,172	4,16	111	
		1	4,12	4,125	4,13	111	
		3	3,55	3,849	3,84	021	
		2	3,74	3,736	3,74	021	
		10	3,56	3,573	3,57	002	
				3,423		111	



Tabl. 2.20, 11.12.- Etude des raies de diffraction

Provenance <sup>13</sup>	Allure du pic	I	d(A)	d(Calc.)	d(Brindley)	hkl
Pya Long Inférieure à 5 microns désordonné suivant l'axe b	aigu	10	7,14	7,159	7,18	001
	bande	2	4,44	4,466	4,48	020
		2	4,35	4,370	4,36	110
				4,332		110
		1	4,18	4,172	4,18	111
	aigu	10	3,57	3,373	3,57	002
				3,423		111
	aigu	4	3,35	3,370	3,37	111
	aigu	2	2,56	2,565	2,56	201
				2,557		130
	aigu	1	2,49	2,512	2,50	131
				2,496		200
	aigu	1	2,38	2,387	2,38	003
	élargi		2,34	2,342	2,34	202
				2,341		131
		1	2,30	2,301	2,29	131
		1	2,29	2,288		131
élargi	3	1,99	1,992	1,99	203	
			1,965		132	
	1	1,49	1,469	1,49	060	
			1,488		331	

Tableau 2.20, 13.- Etude des raies de diffraction



# Chapitre 5

Etude aux microscopes  
des caractéristiques  
morphologiques



## 5. ETUDE AUX MICROSCOPES DES CARACTERISTIQUES MORPHOLOGIQUES.

### 5.1. Microscope optique

Avant d'aborder l'étude au microscope électronique, qui va compléter l'étude précédente au diffractomètre, nous nous proposons d'observer quelques lames minces faites à partir de roches similaires aux roches mères de nos kaolinites.

Nous allons déterminer leur structure et leur caractéristique particulières.

#### 5.1.1. Confection des lames minces

Pour confectionner les lames minces (section de roches) étudiées au microscope optique, nous avons utilisé les abrasifs suivants : silicon carbide I F et 3 F, papier P 400-A employé à sec ou mouillé, abrasif 303 (oxyde d'aluminium de l'*American optical company*). Pour polir les lames, nous avons utilisé du papier F 600 mouillé, de l'abrasif Linde (0,3 A microns *high purity alumina* de l'*Union Carbide-USA*) et enfin de la poudre d'aluminium polissante (0,05 microns - *Union Carbide*).

Les roches altérées ont été imprégnées d'epoxy (mélange araldite-hardener dans une proportion de 1/4) avant la réalisation des lames minces.

#### 5.1.2. Etude des lames minces (tableau 2.21)

Nous avons étudié 17 lames minces de roches altérées ou non altérées provenant des carrières de kaolinite ou de carottes lorsque les roches n'affleuraient pas (cf. fig. 1.8,9 et Tableaux 1.8,9)

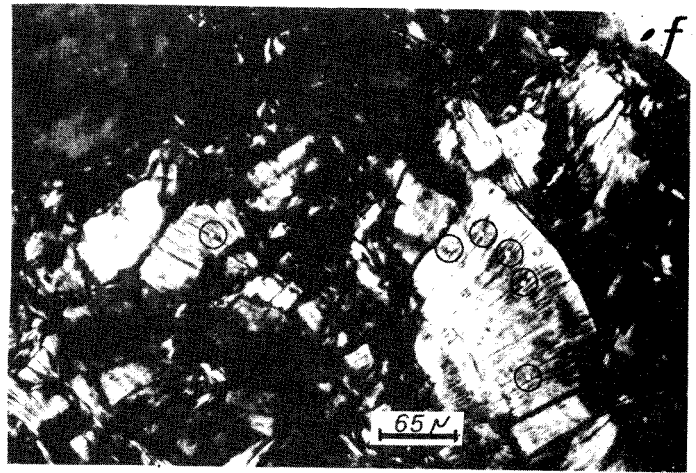
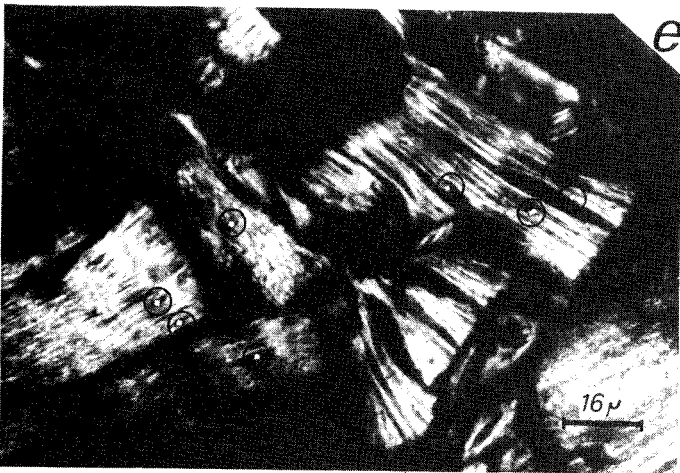
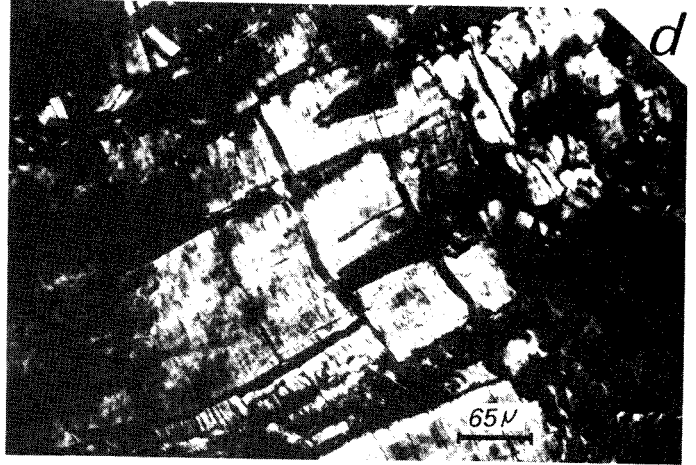
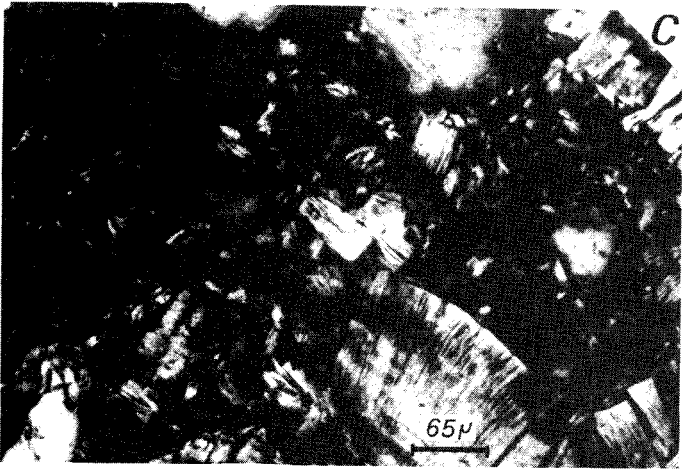
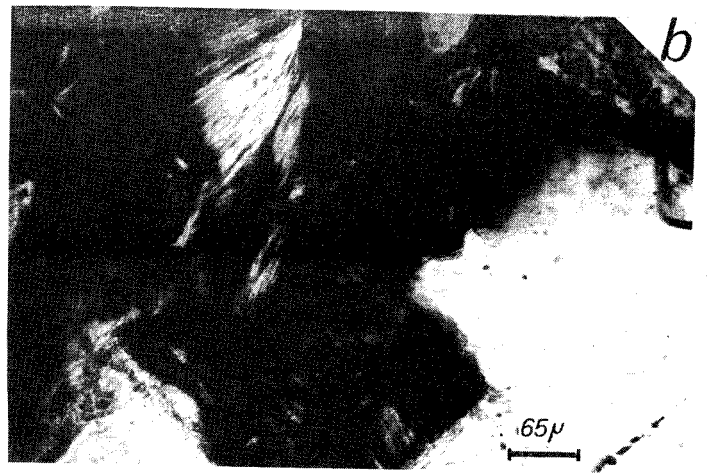
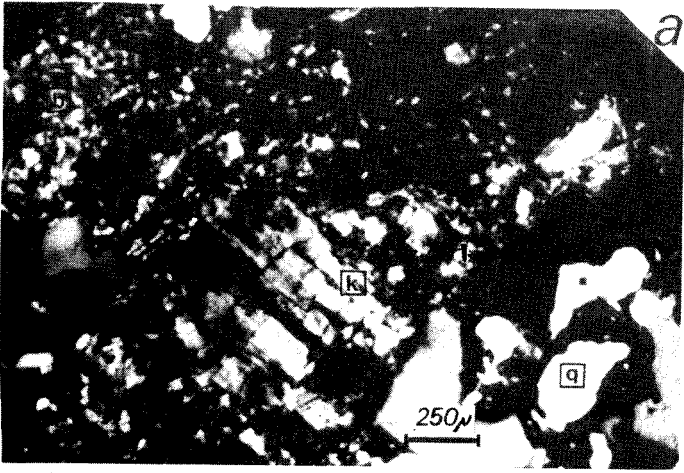
L'étude des lames minces confirme les données dont nous disposons sur la nature des roches mères, à savoir granite ou granodiorite. Il est à noter que la taille des grains de quartz est supérieure dans les lames de Lal Lal et Pittong à celle des lames d'Hallam.

Nous nous sommes attachés à étudier plus particulièrement Hallam. La lame (8154-H 6) est une lame mince de granite altéré à quartz (q), relique de biotite (b) et kaolinite (k). SA structure est visible sur la planche n°5 . Elle présente des empilements courbes de lamelles de kaolinite (photos c, d, f). Ces groupes de particules agrégées d'argile sont orientés face - face et sont suffisamment proches l'un de l'autre pour se comporter comme une seule entité. Ils correspondent certainement à un minéral de kaolinite clivée suivant  $\{001\}$  . Ces particules d'argile forment, de plus,

Lame mince numéro	Provenance	Type roche	Remarques
8154 H	Hallam (carrière)	granodiorite	
8154 H6	" (carotte 6)	altérée	kaolinite parti- culière
8154 L5	Lal Lal	granodiorite	
8154 P70	" (carotte 70)	altérée	quartz fracturé
8154 P66	" (carotte 66)	granite	plus gros que ceux d'Hallam
8154 P1	Pittong (carrière)	granodiorite	
8154 P2	"	granite	quartz de taille supérieure à ceux d'Hallam
8154 P4	"	grès	
8154 P5	"	granite altéré	
8154 P9	"	" "	
8154 P11	" (sur route Pittong-Ballararat)	" "	
8154 B1	Bulla (carrière)	granite	
8154 B2	" "	granodiorite	
8154 B3	" "	altérée	
8154 Py1	Pyalong (proche de la kaolinite Py3a)	granodiorite	
8154 N1	Neerim	granite altéré	
8154 N2	"	" "	



Tableau 2.21-Liste des lames minces étudiées au microscope optique



des "paquets" qui sont reliés entre eux par des attractions bord-face. Les assemblages apparaissent donc parallèles ou perpendiculaires entre eux.

Chaque empilement correspond à une kaolinite clivée suivant  $\{001\}$  ou à des assemblages face-face de particules. Entre les feuillets se placent des impuretés de titane sous forme d'anatase (situées sur la photo e).

En reprenant notre hypothèse d'excès de silice dans les échantillons de kaolinite d'Hallam, nous pensons que de la silice amorphe pourrait se placer entre les feuillets (photo f) entraînant l'ouverture de ceux-ci. Mais il est difficile de caractériser la silice amorphe au microscope optique, puisque elle est isotrope.

Une autre lame (8154 H) provenant de la carrière d'Hallam montre (photo g) un granite altéré à empilements courbes de lamelles de kaolinite.

## 5.2. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

Lors de l'étude au diffractomètre, nous avons confirmé l'existence d'une bonne corrélation entre le degré de cristallinité et la viscosité de nos échantillons de kaolinite.

Cette étude peut être complétée par l'observation des échantillons au microscope électronique.

L'étude au microscope électronique révèle, outre la cristallinité, le mode d'assemblage des particules étudiées.

### 5.2.1. Différents types d'assemblage

Pour définir l'arrangement des particules d'argile pure, nous adoptons la classification de VAN OLPHEN (1963).

Quatre termes sont utilisés :

défloclé	( Ces deux termes déterminent la proximité (floclé)
	( ou la non proximité (défloclé) bord-face ou bord-
floclé	( bord de deux particules.
dispersé	( ces deux termes concernent la proximité (agrégé)
	( ou la non proximité (dispersé) face-face de deux
agrégé	( particules

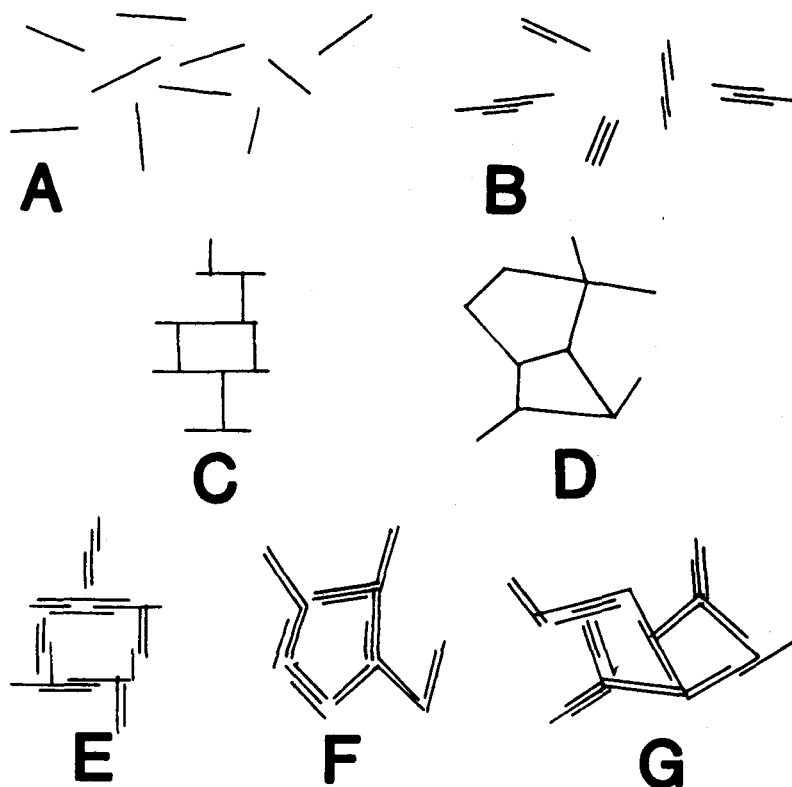


Fig. 2.37. - Mode d'association des particules dans une suspension argileuse

- A. dispersé et défloculé
- B. agrégé mais défloculé
- C. flocculé bord-face mais dispersé
- D. flocculé bord-bord mais dispersé
- E. flocculé bord-face et agrégé
- F. flocculé bord-bord et agrégé
- G. flocculé bord-face, bord-bord et agrégé

Le mot agrégation décrit l'association face à face de particules montrées en B,E,F,G. Le mécanisme d'attraction dans ce type d'association de particules est une force de Van der Waals ou, peut-être, une sorte d'attraction cationique. La flocculation bord-face montrée en C résulte de l'attraction coulombienne entre les bords chargés positivement et les faces chargées négativement. La flocculation bord-bord dont un exemple est montré en D résulte probablement d'une force de Van der Waals.

Les arrangements dispersés A, B sont associés à des répulsions de double couche.

### 5.2.2. Préparation des échantillons

Différentes préparations sont réalisées. Nous utilisons des suspensions très diluées placées sur une lame mince et évaporée, des lames minces sur lesquelles nous plaçons un ruban adhésif sur les deux faces (une face adhère au support, sur l'autre les grains argileux sont retenus), des lames minces "classiques", section de roches. Enfin, pour pouvoir étudier la fraction argileuse in situ, non perturbée par les différentes opérations de préparation, nous collons un fragment d'échantillon brut directement sur une lame mince.

Avant d'être introduites dans l'appareil de microscopie, les préparations sont recouvertes d'une mince couche électriquement conductrice d'or par métallisation sous vide, ou de graphite. Cet ombrage accentue les reliefs.

### 5.2.3. Etude au microscope électronique

L'instrument utilisé dans cette étude est un microscope électronique à balayage J.S.M.-35 fabriqué par JEOL (conditions d'utilisation : tension d'accélération 25 KV, profondeur de champ 39 mm, ouverture du diaphragme 0,2 mm).

Chaque échantillon est étudié méticuleusement, ses caractéristiques morphologiques et sa structure sont observées en détail sur l'écran et des photos représentatives sont prises.

L'examen au microscope électronique peut être complété par une analyse à l'Edax. Cet analyseur à rayons X à dispersion permet en effet, de connaître instantanément la composition chimique de l'échantillon par point, observé sur un écran.

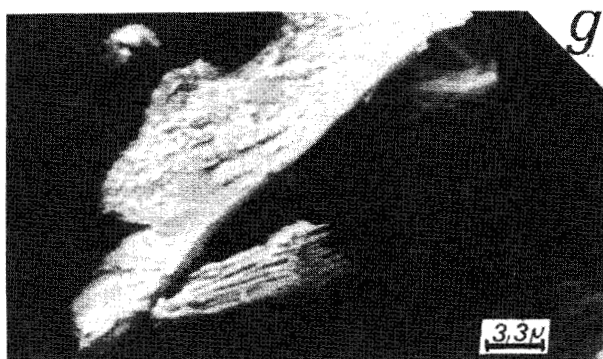
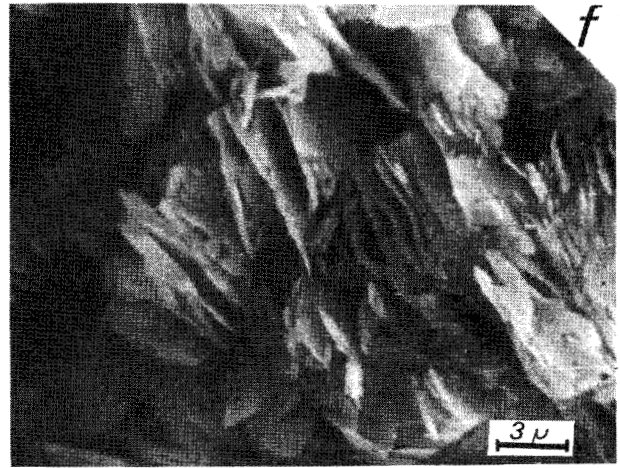
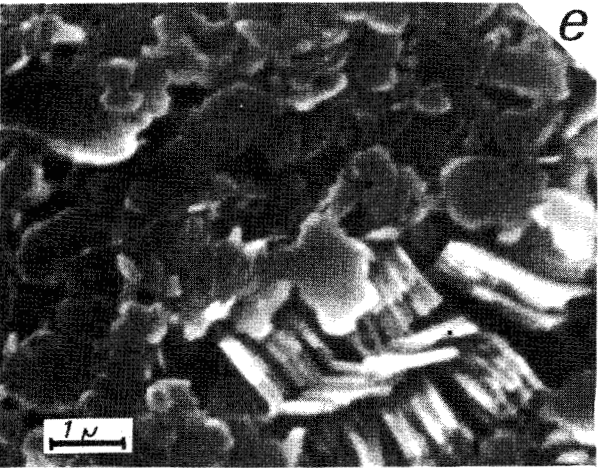
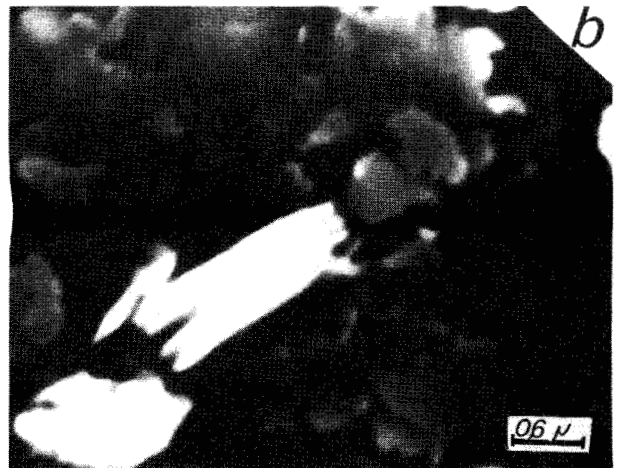
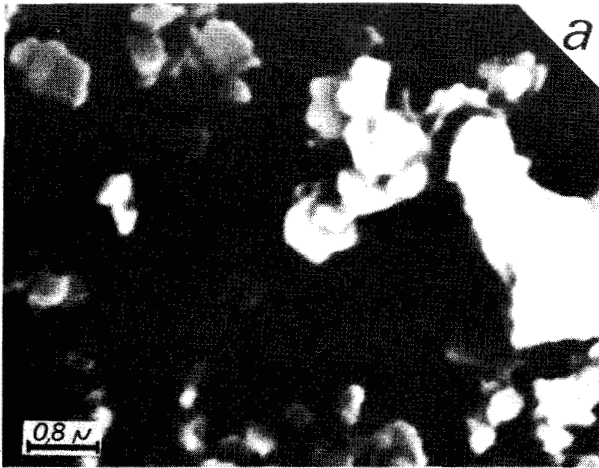
L'Edax peut être couplé à un ordinateur qui enregistre la composition chimique de l'échantillon. L'acquisition des spectres et leur dépouillement se font par l'intermédiaire de cet ordinateur.

#### 5.2.3.1. Hallam

- Suspensions très diluées de particules  $\leq 5 \mu$  (or) (planche 6a,b, c,d)

Les particules forment des assemblages face-face et des livres exfoliés. Quelques particules sont isolées et présentent une espèce de corrosion, les bords ne sont pas nets et les plaquettes hexagonales ne montrent que 4 à 5 côtés bien formés.

La kaolinite d'Hallam top est moins bien cristallisée que celle d'Hallam middle.



- particules  $\leq 0,5 \mu$  (Or)

Les assemblages sont de type face-face et bord-bord. Quelques associations forment des livres. Les particules présentent une cristallinité moyenne avec 4 à 5 bons côtés.

- Etude d'Hallam *in situ* (planche 6, e, f, g)

La kaolinite est caractérisée par des associations face-face nombreuses formant des livres plus ou moins exfoliés. Des particules isolées ou assemblées en association face-face se placent sur les bords de ces livres. Quelques associations bord-face existent.

- Hallam  $\leq 0,5 \mu$  soumis aux ultrasons et vibrations (or)

Les associations n'ont pas résisté à ces traitements. Les particules sont isolées. Cette observation explique l'augmentation (Tabl. 2.11) de la proportion de particules, de taille inférieure à 0,5 microns, obtenue après traitement aux ultrasons ou traitement par agitation vigoureuse.

- lame mince 8154-H6 étudiée à l'Edax (planches 7, 8)

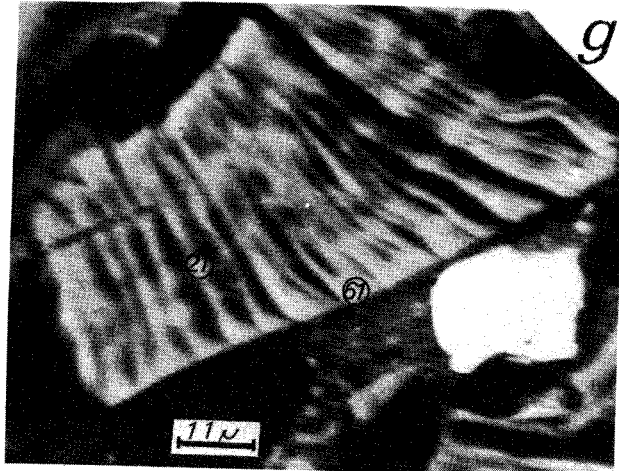
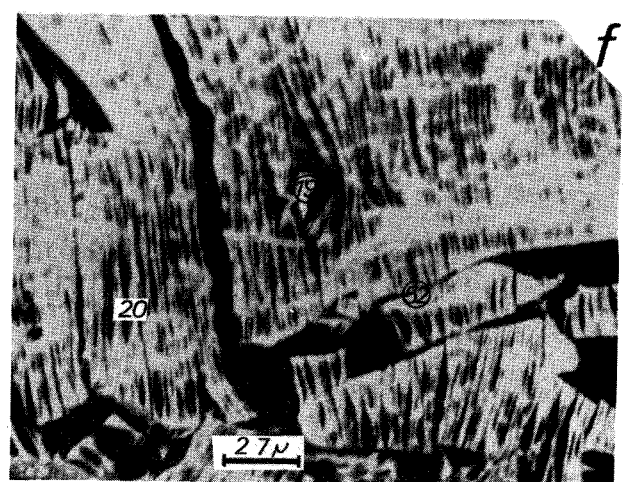
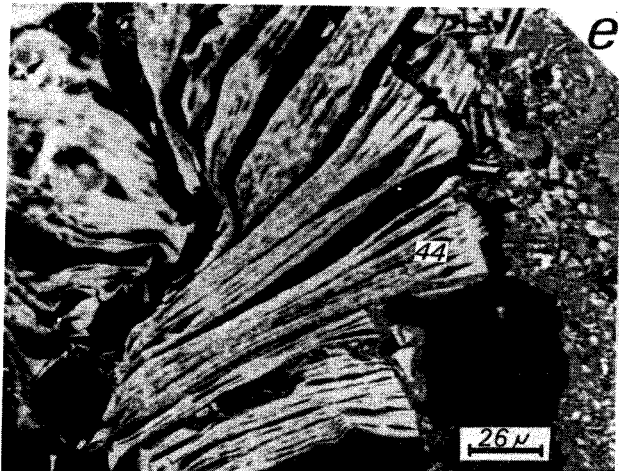
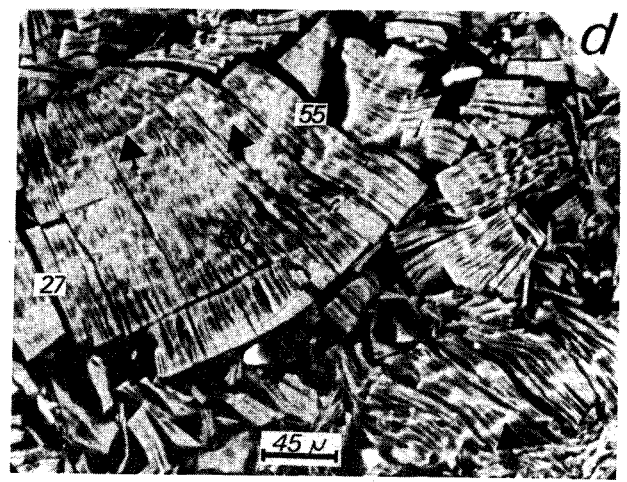
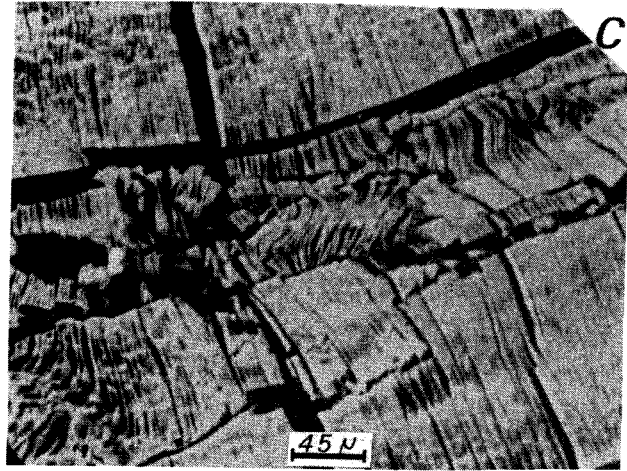
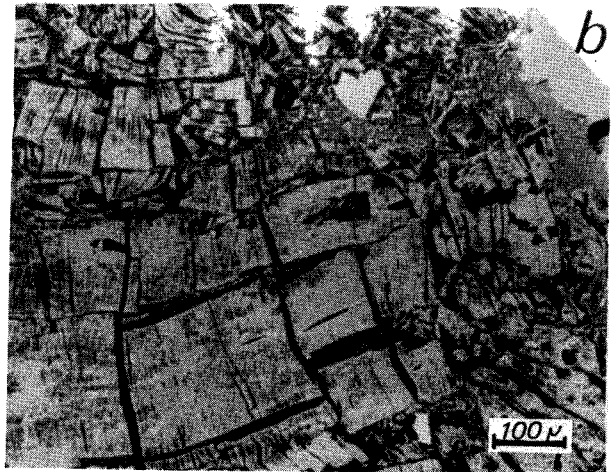
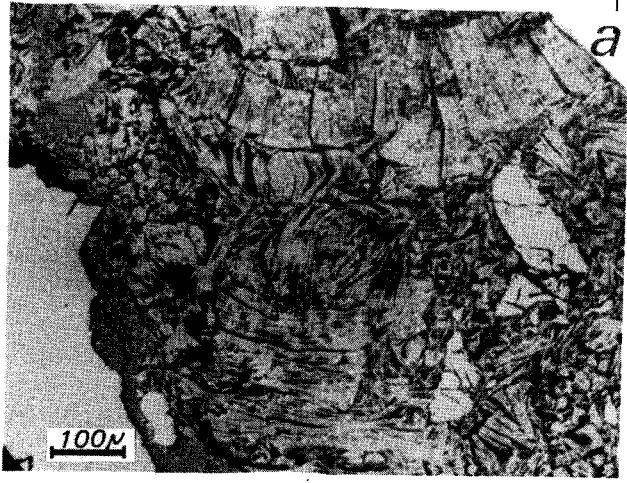
Dans cette lame mince, section de granite altéré, précédemment étudié au microscope optique, nous nous intéressons aux empilements de kaolinite (planche 7). Ces empilements sont des monocristaux clivés suivant une direction parallèle à  $\{001\}$ . Les bandes blanches (repérées sur la photo d) correspondent à des zones de pliage du cristal.

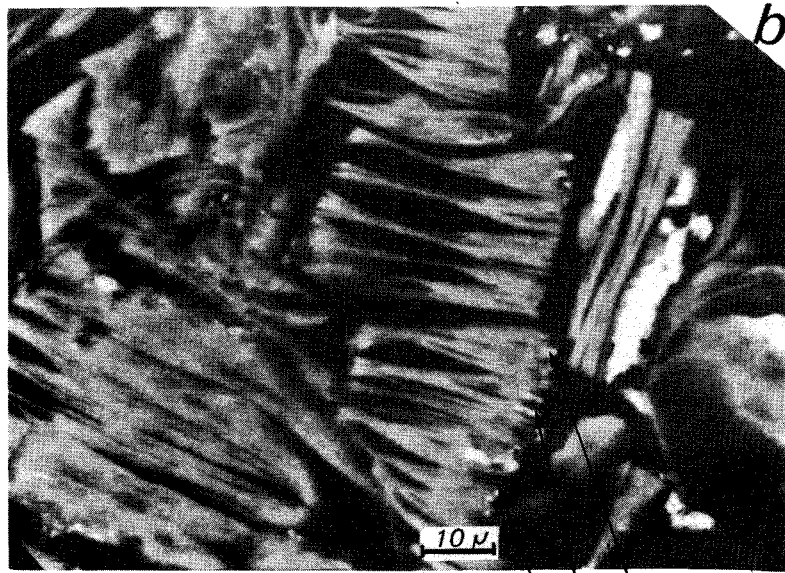
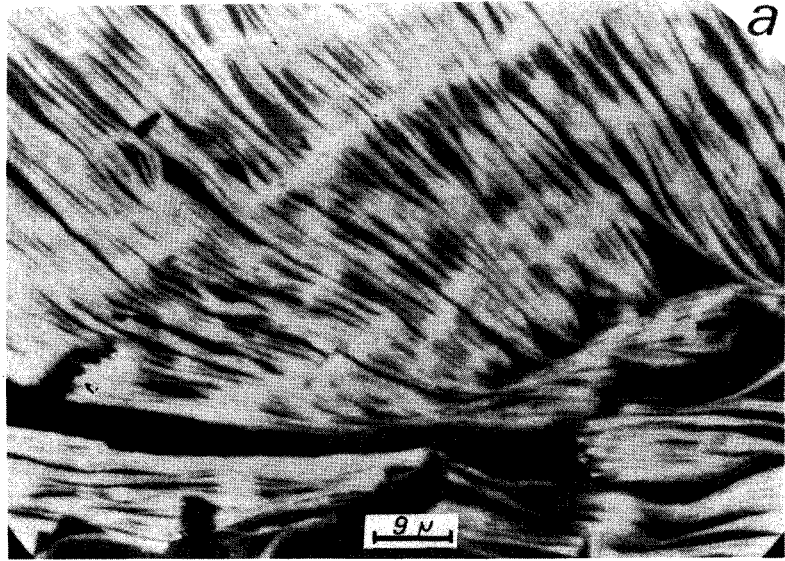
Nous analysons point par point cette kaolinite par l'intermédiaire de l'Edax. L'accélération des électrons est réglée à 15 KV et le temps de comptage à 100 secondes. Le système de détection et d'analyse est associé à un ordinateur qui nous donne les résultats (Tableau 2.22) de l'analyse chimique sous forme d'oxydes.

Nous avons repéré quelques points sur des photos (photos d, e, f, c). L'analyse chimique correspond à une composition de kaolinite. Une augmentation de la proportion de silicium (n°41 sur tableau, par exemple) apparaît au niveau des écartements entre les feuillettes (photo a).

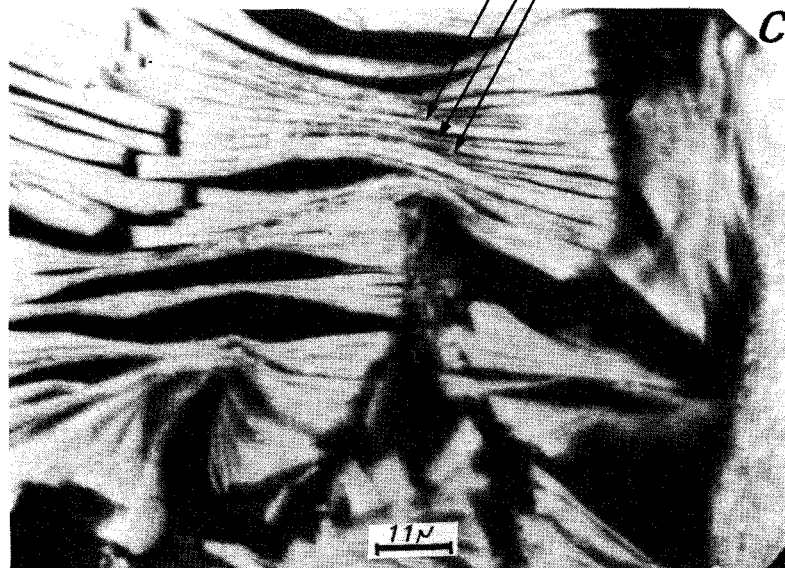
Les différences de composition avec la présence de  $TiO_2$  et  $P_2O_5$  apparaissent pour des inclusions (n° 19-21) ou au niveau de la jonction entre deux empilements (n°52) ou encore sur les bordures des empilements (n°61).







inclusions



BU  
LILLE

	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe O	Ni O	MgO	CuO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	Cl	V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TOTAL
1		49,39	0,03	36,39			1,45				0,44			0,30		38,00
2		32,77	0,21	24,20			1,06				0,17			0,11		58,58
3		49,23		37,41			1,29				0,01			0,01		88,70
4		49,18		37,58			0,95	0,04			0,19			0,06		88,00
5		49,18		37,02			1,54				0,24			0,01	1,34	98,00
6		44,20		34,20		1,55	1,45	0,07		0,31	0,20					38,00
7		49,53		36,99			1,33				0,15					88,00
8		49,56		37,28			1,11				0,04					88,00
9		49,34		37,48			1,11							0,07		88,00
10		49,45		36,78			1,45				0,32					88,00
11		49,37		37,37			1,14				0,12					88,00
12		49,44		37,17			1,20				0,20					88,00
13		49,45		36,99			1,47				0,09					88,00
14		49,13		37,29			1,41				0,12					88,00
15		49,26		37,25			1,33				0,16					88,00
16		49,03		37,40			1,57							0,04		88,00
17		49,31		37,27			1,23				0,15					88,00
18		49,43		37,38			1,07				0,12					98,00
19	0,12	3,07	57,02	4,65			21,22		0,42		0,08	0,16	0,09	0,25	0,11	88,00
20		49,22		36,91			1,55				0,22			0,09		88,00
21	5,31	44,85		34,01	1,42	0,55	1,14				0,10			0,11		38,00
22		47,97	1,80	35,44			2,38				0,21			0,20		88,00
23		50,03		36,38			1,48				0,11					88,00
24		49,31		37,05			1,28				0,30	0,07				88,00
25		49,18		37,04			1,58				0,20					88,00
26		48,45	0,01	37,46			1,75				0,27					98,00
27		49,40		36,85			1,36				0,25		0,03	0,11		88,00
28		48,88		37,34			1,56				0,18			0,04		88,00
29		49,50		37,17			0,93	0,05			0,17			0,18		88,00
30		49,46		36,73			1,61				0,15			0,05		38,00
31		49,29		36,84			1,75				0,12					88,00
32		49,05		37,09			1,57				0,22		0,04	0,02		98,00
33		48,68		37,17	0,03		1,86	0,03			0,19			0,04		88,00
34		1,04	66,74	0,27	0,31		25,68	0,08					0,03			94,15
35		50,63		34,00			2,13				0,32		0,27	0,24		88,00
36		49,13	0,10	36,10			2,14				0,35			0,09		88,00
37		39,74	3,60	21,61			12,00	0,08			5,32			0,17		88,00
38		47,77	0,53	33,70			3,69				1,24			0,09		88,00
39		48,91	0,09	35,61			1,20				0,60					88,00
40		48,03	0,35	36,73			2,65	0,19	0,10		0,67			0,10		88,00
41		51,12		36,84			1,69				0,20			0,06		88,00
42		47,17	0,43	37,79			4,03		0,99		1,66					88,00
43		47,67	0,53	37,77			3,59		0,78		1,36					38,00
44		47,70	0,46	0,27			2,78		0,46		1,13		0,19	0,14		88,00
45		48,14	0,21	34,00			2,91		0,35		0,78			0,13		78,00
46		48,59	0,11	36,10			2,46		0,21		0,68					88,00
47		47,96	0,33	21,61			3,62		0,56		1,24					88,00
48		49,74		33,70			2,00							0,69		88,00
49		94,35		36,61							0,29					94,79
50		48,10	0,48	36,00			3,58		0,82		1,32					88,00
51		38,71		34,93			1,75				0,11			0,03		88,00
52	0,45	45,64	2,19	33,73			5,20		0,75		0,95		0,19	0,29		88,00
53		48,42	0,11	34,06	0,03		2,60		0,27		1,04			0,02		88,00
54		49,36		34,14			1,64				0,13					88,00
55		49,83		35,49			0,11				0,19		0,12	0,23		98,00
56		48,92		35,97			1,49				0,34			0,17		88,00
57		49,54		34,20			1,28				0,16					38,00
58		48,94		35,57			1,68	0,07			0,17			0,08		58,00
59		49,33		0,15			1,25				0,20			0,06		38,00
60		49,12		33,70			1,68				0,27			0,05		88,00
61		16,49	48,66	37,40	0,18	0,32	3,54		0,37	0,38	0,19	1,14	0,70	0,54		38,00
62		0,85	62,61	32,34	0,20		26,05									90,05
63		49,11	49,07	33,94	0,48	0,24	1,97	0,15			0,18			0,13		90,05
64		28,02		36,62			4,15				0,14			0,12		90,05
65		47,61	0,34	36,45			2,66				0,39			0,10		90,05



Tableau 2.22-Analyse chimique de la lame 8154/H6 (à l'EDAX)

SO<sub>3</sub> est présent entre les feuillets, au niveau des écartements des feuillets et de leurs ouvertures (n°44, 55, 20, 27, par exemple). Cette analyse ne permet pas de détecter la silice amorphe. En effet, l'epoxy dont la lame est imprégnée, diminue l'appréciation quantitative de la silice.

#### 5.2.3.2. Lal Lal

- Particules  $\leq 5 \mu$  (or) (planche 9 a.b.c.d.)

Les "livres" que forment les feuillets de kaolinite sont plus ou moins parallèles. Les bords des livres sont nets. Les quelques particules isolées ne sont pas corrodées mais présentent au contraire des bords francs. Les particules sont bien cristallisées.

- Particules  $\leq 0,5 \mu$  (or)

Il n'y a plus de livres mais des associations de type face-face ou bord-bord. Les particules sont dans l'ensemble bien cristallisées mais la perfection est moins nette que pour les particules de taille supérieure.

- Lal Lal *in situ* (or) (planche 9 e.f.g)

Des associations face-face, bord-face, bord-bord et des associations formant des livres de particules bien cristallisées, caractérisent Lal Lal *in situ*.

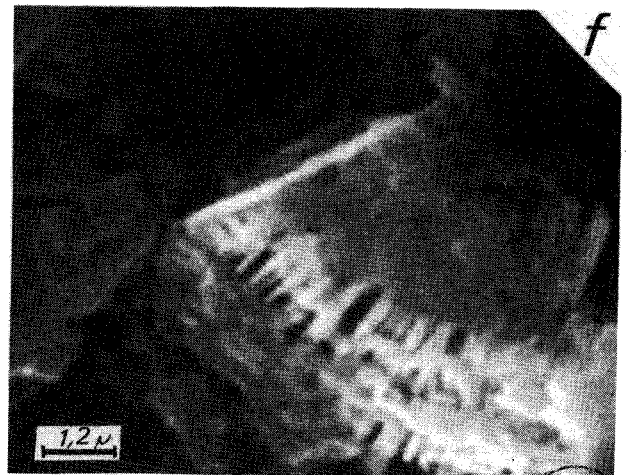
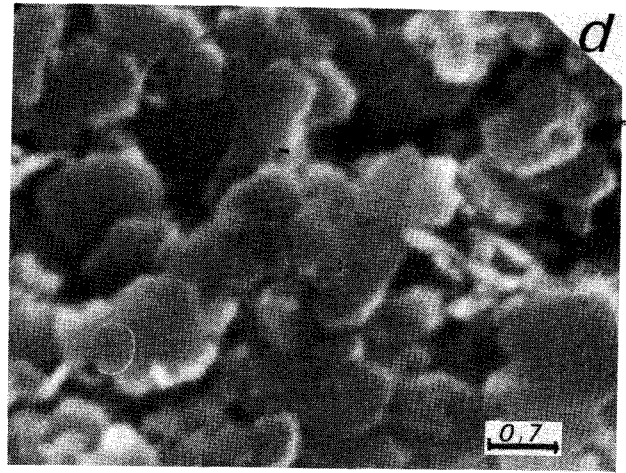
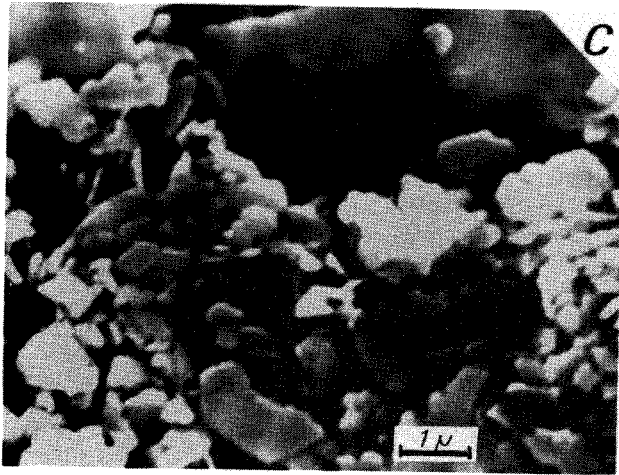
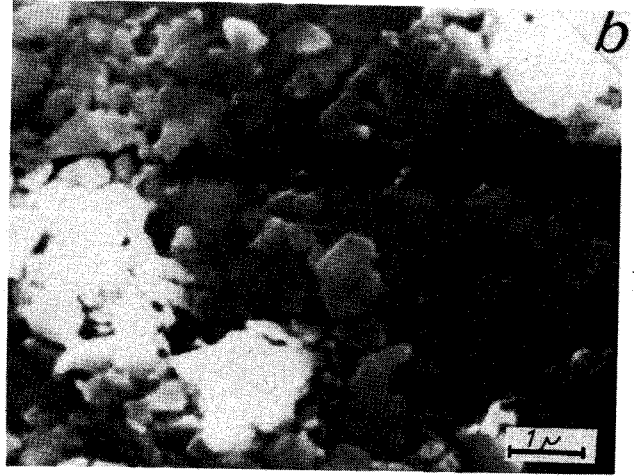
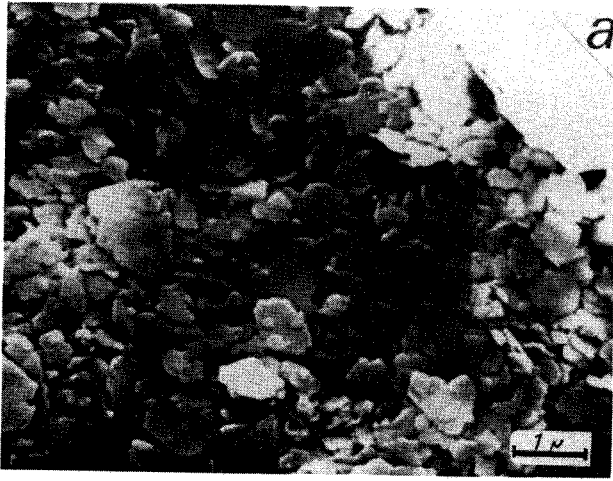
- Lal Lal soumis aux ultrasons

Ce traitement vigoureux a détruit une partie des agrégats (peu de "livres" apparaissent.)

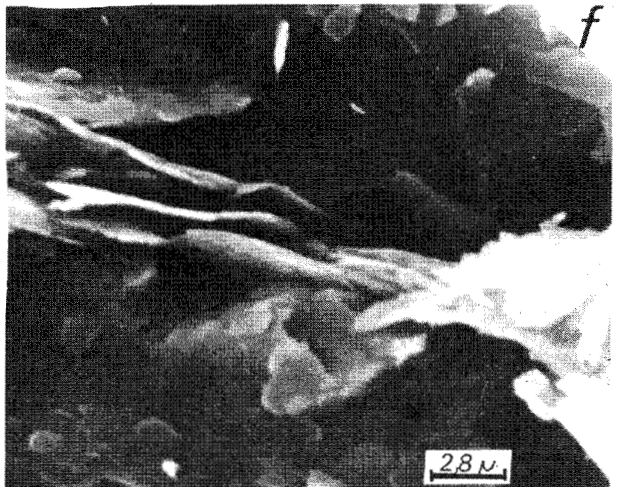
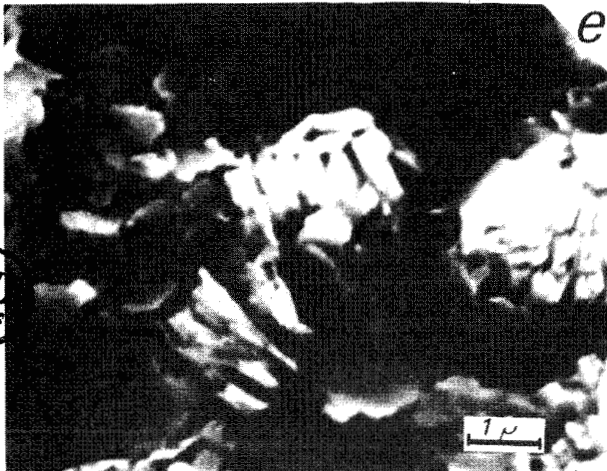
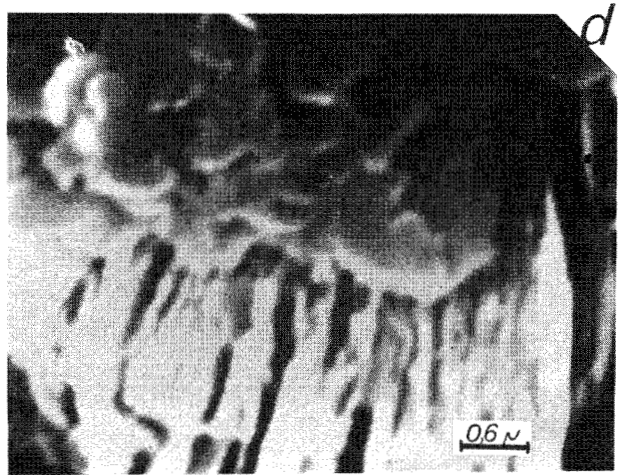
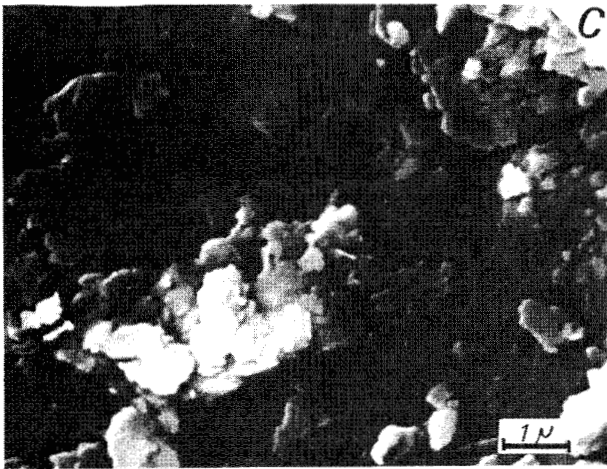
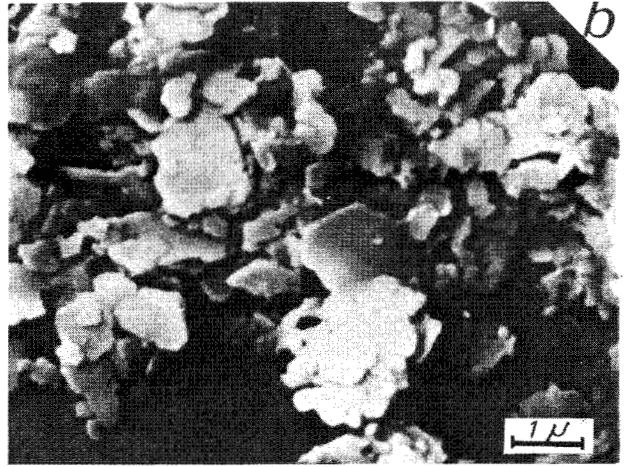
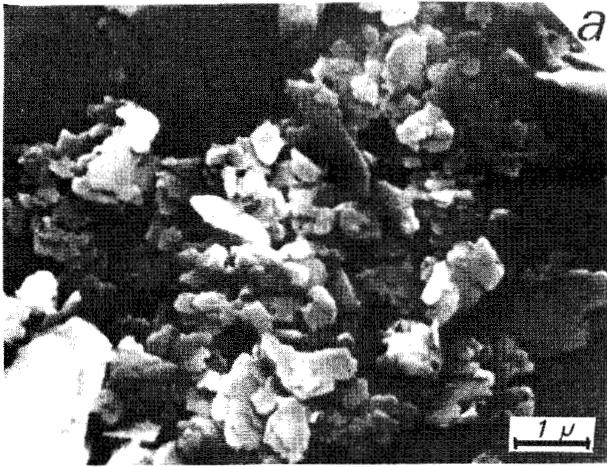
#### 5.2.3.3. Pittong

- Particules  $\leq 5 \mu$  (or) (planche 10 a, b.c)

Pittong ne présente pas d'association de type "livre". Les associations sont de type face-face bord-face. Les particules isolées sont plus ou moins bien cristallisées avec, pour les mieux cristallisées, des hexagones à 4 bords nets. Les bords des particules sont corrodés.



BU  
LILLE



BU  
LILLE

- Particules  $\leq 0,5 \mu$  (or)

Les associations sont de type face-face. Les particules sont plus ou moins bien cristallisées comme celles de Lal Lal.

- Pittong *in situ* (or) (planche 10 d,e,f,)

L'ensemble est assez compact. On peut noter la présence d'associations de type face-face formant des livres et des associations de type bord-face.

### 5.3. CONCLUSION

Hallam présente plus d'associations face-face en "livre" que Lal Lal et Pittong. Ces épaisses formations que nous avons appelées "livres" peuvent développer des blocages de cisaillement.

Les échantillons bruts d'Hallam, Lal Lal et Pittong sont formés de particules agrégées et floculées. Seules les fractions inférieures à cinq microns d'Hallam présentent encore des particules agrégées. Les particules argileuses de Pittong et Lal Lal sont isolées et par ailleurs bien cristallisées.

Les kaolinites faiblement cristallisées comme celles d'Hallam sont composées de plateaux plus fins. Ils présentent donc plus de bords individuels et de coins susceptibles de causer des frictions et donner une viscosité plus grande.

La corrélation entre degré de perfection de la cristallinité et viscosité peut être expliquée partiellement par cette étude au microscope électronique. Lorsque l'étude au diffractomètre indiquait un haut degré de cristallinité, le microscope montre un haut degré de la cristallinité géométrique et des plateaux de kaolinite épaisse.

Cette étude n'apporte pas d'éléments nouveaux quant à notre hypothèse sur la présence de silice amorphe. Nous allons dans le chapitre suivant nous attacher à vérifier la validité de cette hypothèse.

## Chapitre 6

Sur l'hypothèse de silice amorphe



## 6. SUR L'HYPOTHESE DE SILICE AMORPHE

Pour vérifier l'hypothèse de la présence de silice amorphe dans les kaolinites d'Hallam présentant une forte viscosité, nous allons procéder à plusieurs expériences d'une part sur la kaolinite d'Hallam top que nous comparerons à la kaolinite de Lal Lal middle (kaolinite présentant une faible viscosité) et, d'autre part, sur une roche granitique altérée provenant d'Hallam.

### 6.1. METHODE CHIMIQUE A L'ACIDE PHOSPHORIQUE

Plusieurs méthodes d'attaque chimique ont été envisagées (JONES; WEAVER *et al.* *in* JEPHCOTT). Nous n'avons retenu que la méthode à l'acide phosphorique car elle est plus rapide et plus précise.

#### 6.1.1. Introduction

Nous soupçonnons la présence de silice amorphe dans la structure de certains échantillons de kaolinite. Pour le vérifier, nous utilisons la méthode à l'acide phosphorique. Cette méthode de détermination du quartz en présence de silicates est simple et rapide. Elle a été mise au point par JEPHCOTT et WALL.

#### 6.1.2. Historique

C'est pour évaluer la qualité des environnements de travail et prévoir les dangers (silicose par exemple) que cette méthode de détermination du quartz dans les poussières aéroportées a été mise au point.

Elle a été étudiée par HIRSCH et DAVIHLEN (1932), par STEGER (1940), puis mise au point par DURKAN (1946) et TALVITIE (1951).

#### 6.1.3. Principe

Un précipité de quartz est obtenu en soumettant l'échantillon à l'action d'un mélange anhydre d'acide phosphorique. Ce précipité est attaqué ensuite successivement par les acides hydrofluorique et sulfurique, ce qui permet, par pesée, de déterminer la quantité de quartz contenu dans l'échantillon.

#### 6.1.4 Expériences préliminaires

Pour obtenir des résultats rigoureux, il est nécessaire de réunir certaines conditions déterminées par JEPHCOTT et WALL lors de leurs expériences préliminaires:

- la température optimale de chauffage de l'acide phosphorique et de l'échantillon se situe entre 230 et 240°C;
- le poids de l'échantillon ne doit pas excéder 0,25g (pour éviter la formation de précipité gênant);
- pour des échantillons de taille inférieure à 74  $\mu$ , la température de 230 à 240 °C doit être maintenue 15 minutes et pour des échantillons de taille inférieure à 5  $\mu$ , 5 minutes.

#### 6.1.5. Préparation des échantillons

Dans un creuset en platine de 100 ml, nous versons 30ml d'acide orthophosphorique à 85 % que nous chauffons lentement, en agitant de temps en temps, jusqu'à la température de 220°C.

Vers 180°C, l'eau en excès est éliminée. A une température supérieure, un mélange anhydre d'acide phosphorique est obtenu.

Après avoir maintenu le creuset pendant 20 minutes à 220°C, nous attendons qu'il ait atteint la température de 100°C pour ajouter les 0,25 g de l'échantillon à analyser dont les particules ont une taille inférieure ou égale à 5  $\mu$ . Le mélange est maintenu à cette température de 100°C jusqu'à ce que l'effervescence cesse.

Le mélange est de nouveau chauffé et maintenu, avec agitation constante, à la température de 230°C pendant 5 minutes.

Après refroidissement pendant 2 ou 3 minutes, le mélange est lentement transvasé dans un becher de 400 ml, contenant 125 ml d'eau distillée. Il est agité quelques instants puis laissé au repos pour la nuit afin de permettre aux particules non dissoutes de se déposer dans le fond du becher.

Le mélange est ensuite filtré à travers un double papier filtre (Whatman n° 42). Les filtrats opalescents sont filtrés à travers les mêmes papiers filtres, ce second passage est généralement suffisant pour supprimer toute suspension visible. Le précipité est lavé plusieurs fois avec de l'acide chlorhydrique chaud dilué. Il est ensuite enflammé dans un creuset en platine taré, refroidi, puis pesé.

Le précipité du creuset est humidifié avec quelques gouttes d'acide sulfurique concentré. 5 ml d'acide hydrofluorique à 48 % est ajouté avec précaution. On laisse reposer 15 minutes puis on chauffe le précipité sur une plaque chauffante et on le maintient à la température de 50,60°C jusqu'à ce qu'une solution limpide soit obtenue.

La solution est évaporée jusqu'à dessiccation. Le creuset est porté au rouge, refroidi puis pesé. Le poids du résidu est enregistré et soustrait directement du poids du précipité de quartz.

#### 6.1.6. Calcul de la quantité de quartz

La quantité de quartz de l'échantillon est calculé de la façon suivante :

$$\text{pourcentage de quartz} = \frac{P - R}{S} \times C \times 100$$

où

P est le poids du précipité après le traitement à l'acide phosphorique,

R, le poids du résidu après traitement final aux acides hydrofluorique et sulfurique,

C est le facteur de correction pour la dissolution du quartz (tableau 2.23)

S est le poids de l'échantillon.

#### 6.1.7. Résultats

Nous étudions, simultanément, deux échantillons de kaolinite provenant respectivement d'*Hallam* et de *Lal Lal*.

Nous effectuons trois séries d'expériences, dont les résultats sont reportés sur le tableau 2.24. Nous voyons qu'à chaque fois *Hallam top* montre un pourcentage de quartz plus élevé que *Lal Lal middle*.

Au cours de l'expérience, les échantillons réagissent différemment. Placés dans l'eau distillée, après avoir subi le traitement à l'acide phosphorique, *Hallam top* est sous la forme d'un précipité très fin, non visible dans l'eau alors que *Lal Lal middle* présente un précipité à gros grains blancs.

Taille des particules de quartz en microns	Durée de chauffage	
	5 minutes	15 minutes
44 à 74	1,01	1,01
20 à 44	1,01	1,01
10 à 20	1,01	1,01
5 à 10	1,02	1,02
2 à 5	1,02	1,04
1 à 5	1,03	1,07
1 à 2	1,09	1,14
inférieur à 1	1,13	1,23

Tableau 2.23.- Facteurs de correction pour la perte de quartz dans les analyses des mélanges quartz-silicates

	<i>Lal Lal Middle</i>	<i>Hallam Top</i>
P	0,02115	0,03091
R	0,00111	0,00259
S	0,17828	0,22555
C	1,02	1,02
% de quartz	11 %	14 %
P	0,00438	0,02699
R	0,00172	0,00241
S	0,25926	0,25196
C	1,02	1,02
% de quartz	1 %	10 %
P	0,01045	0,04128
R	0,00065	0,00652
S	0,25885	0,24997
C	1,02	1,02
% de quartz	4 %	15 %

Tableau 2.24.- Calcul de la quantité de quartz à partir de la formule  $\frac{P-R}{S} \times C \times 100$

où P : poids du précipité après traitement à l'acide phosphorique  
 R : poids du résidu après traitement final aux acides hydrofluorique et sulfurique  
 C : facteur de correction (tableau 2-23)  
 S : poids de l'échantillon

### 6.1.8. Conclusion

Dans l'expérience ci-dessus, nous avons choisi de comparer 2 kaolinites à viscosité différente. *Lal Lal middle* à faible viscosité et *Hallam top* à forte viscosité que nous pensons due à la présence de silice amorphe.

Notre hypothèse n'est pas infirmée par cette expérience puisque *Hallam top* présente un pourcentage de quartz plus élevé que *Lal Lal middle*. Une expérience nous permettant de doser très précisément la quantité de silice au sein d'*Hallam top* et de *Lal Lal middle* va être envisagée par spectroscopie d'absorption atomique.

## 6.2. LA SPECTROMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

### 6.2.1. Définition

"La spectrométrie d'absorption atomique est une méthode de dosage d'éléments chimiques fondée sur l'absorption de radiations atomiques en phase vapeur" (MARIEE, PINTA, 1970).

### 6.2.2. Principe et théorie

La spectrométrie d'absorption atomique utilise la propriété des électrons d'être excités par apport d'une énergie extérieure.

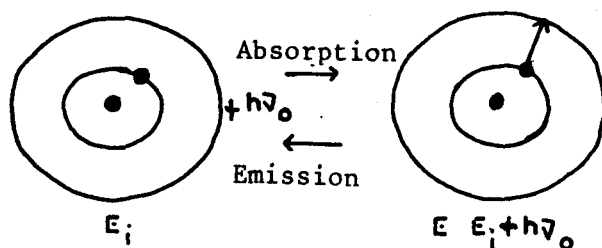


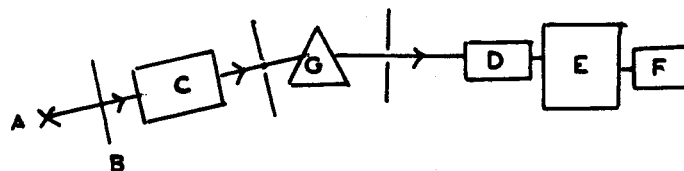
Fig. 2.38.- Schéma expliquant l'absorption d'énergie

### . Coefficient d'absorption

Un flux de photons d'intensité  $I_0$  et de fréquence  $\nu$  qui traverse un milieu absorbant d'épaisseur  $l$ , par exemple, une vapeur atomique dans une flamme aura une partie absorbée selon une loi qui s'exprime par une formule du type :

$I_\nu = I_0 \exp - K_\nu l$  où  $I_\nu$  est l'intensité émergente et  $K_\nu$  le coefficient d'absorption pour la fréquence  $\nu$  ( $K_\nu$  varie avec la nature des atomes du milieu absorbant et la fréquence  $\nu$ ).

6.2.3. Appareillage (fig. 2.39)



- |  |
|--|
| A : Cathode creuse (émission)                        |
| B : modulateur                                       |
| C : cellule d'absorption (flamme: brûleur laminaire) |
| D : détecteur  |
| E : amplificateur-redresseur                         |
| F : enregistreur                                     |
| G : monochromateur                                   |

Fig.2.39 : Schéma de principe d'un appareil d'absorption atomique  
(BAUDIN, 1967)

Deux paramètres essentiels caractérisent les flammes : la température et la vitesse de combustion.

Dans le cas de l'utilisation de brûleurs "laminaires", la vitesse de combustion est très importante. En effet, avec de tels brûleurs, les vitesses de sortie des gaz sont faibles. Le risque d'inflammation en retour est donc grand, dès que les vitesses de combustion dépassent quelques centaines de centimètres par seconde. Il est presque impossible (Tableau 2.25) de contrôler de tels brûleurs pour des flammes chaudes hydrogène-oxygène ou acétylène-oxygène. Les flammes protoxyde d'azote - acétylène réunissent deux conditions intéressantes : faible vitesse de combustion et température élevée.

Composition du mélange	Température <sup>+</sup> (°C)	Vitesse de combustion (cm/s)
Air - propane	1920	45
Air - acétylène	2250	170
Oxygène - hydrogène	2700	900
Oxygène - acétylène	3120	800
Protoxyde d'azote acétylène	2900	150

Tableau 2.25 .- Vitesses de combustion de diverses flammes (d'après BAUDIN)

+ Ces températures correspondent à une combustion sans pulvérisation de liquide.

#### 6.2.4. Possibilités de la méthode

##### - Domaine d'application

La spectroscopie d'absorption atomique ne s'applique pratiquement qu'à l'analyse de solutions aqueuses ou organiques. La possibilité d'utiliser un échantillon solide est intéressante et de nombreuses recherches sont faites dans ce sens (GOVINDARAJV, 1972). De nombreux problèmes sont à résoudre. Une taille très fine de la particule et une haute température dans l'étape de la vaporisation sont nécessaires à la totale désintégration de l'échantillon.

La spectroscopie d'absorption atomique permet, en principe, l'analyse de tous les éléments. En choisissant judicieusement la flamme, la plupart des éléments peuvent être décelés à des teneurs inférieures au microgramme par millilitre.

- Sensibilité

La sensibilité est définie comme le rapport du signal mesuré à la concentration dans le liquide.

- Limite de détection

C'est la concentration minimale en l'élément dosé qui peut être détectée avec une probabilité de 95 %.

- Précision des dosages

La justesse des résultats obtenus dépend étroitement de l'exactitude des étalonnages. A cause des phénomènes d'interférences, solutions étalons et solutions d'analyse doivent avoir des compositions les plus voisines possibles.

La précision des dosages est fonction :

- de la stabilité des lampes,
- de la stabilité des débits gazeux, donc de la flamme,
- de la sensibilité de l'appareillage,
- de la finesse de la lecture, fonction de la méthode utilisée,
- de l'élimination des interférences.

6.2.5. Intérêt de l'emploi de la spectroscopie d'absorption atomique

Cette méthode d'analyse fournit une technique rapide et rigoureuse pour la détermination de traces, grâce à sa haute sensibilité.

Elle s'avère bien appropriée à la recherche d'un excès de silice (dû à la présence de silice amorphe) dans certains de nos échantillons de kaolinite.



## 6.2.6. Préparation des échantillons et des étalons

### 6.2.6.1. Préparation des échantillons

Nos échantillons se présentent sous forme de solide. Il faut les mettre en solution avant l'analyse. Ils subissent les traitements suivants :

#### - NaOH à 5 % sur argile de taille inférieure ou égale à 5 microns

Pour éliminer l'eau absorbée, nous plaçons de la kaolinite tamisée, pendant 24 heures, dans une étuve à 80°C.

Nous préparons, par ailleurs, une solution d'hydroxide de sodium (NaOH) à 5 %. A cette concentration NaOH ne détruit pas la kaolinite.

Dans un bécher en plastique contenant 1 gramme de kaolinite, nous ajoutons 100 ml de NaOH à 5 %. Nous mélangeons, à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 10 minutes. Nous filtrons 10 ml du mélange au travers d'un filtre Whatman 540 (placé sur un entonnoir en plastique). Nous continuons d'agiter et prélevons 10 ml après 30 minutes, 60 minutes (puis 180 minutes). En continuant l'agitation plus de 60 minutes, nous risquons d'obtenir de la silice provenant de la charpente silicatée de la kaolinite. Nous procédons aux mesures de silice et d'aluminium au spectromètre d'absorption atomique (Techtron (CSIRO) type AA3 série 128 à modulation électronique, cathode creuse à 4 lampes sur touret).

#### - NaOH à 20 % sur argile de taille inférieure ou égale à 5 microns

Le processus est le même que précédemment mais la solution de NaOH est à la concentration de 20 %.

#### - NaOH à 5 % sur échantillon brut

Bien que NaOH ne s'attaque en principe qu'aux éléments facilement dissolvables comme la silice amorphe, nous procédons à la vérification suivante.

Pour être certain qu'aucun grain de quartz n'a été dissous et compté comme silice amorphe, nous faisons subir à l'échantillon brut tamisé les mêmes traitements que précédemment (paragraphe 6.2.7) et mesurons la quantité de silice.

6.2.6.2. Préparation des étalons

Nous allons réaliser un étalonnage effectué à partir d'une série de solutions synthétiques de concentrations connues en l'élément à doser et échelonnées selon une gamme convenable croissante.

Nous utilisons des produits préparés industriellement pour confectionner nos solutions étalons. Nous préparons des solutions étalons à 10ppm, 20 ppm, 50ppm et 100ppm de Si et des solutions étalons d'Al.

6.2.7. Exécution des mesures

Nous choisissons les conditions d'analyse. Pour Si, la longueur d'onde utilisée est 2516 Å, avec une flamme protoxyde d'azote-acétylène. Pour Al, la longueur d'onde est 3093 Å avec une flamme protoxyde d'azote-acétylène.

Nous pulvérisons une solution et nous lisons le signal obtenu par un système numérique qui effectue plusieurs mesures successives dont nous prenons la moyenne.

6.2.8. Résultats

6.2.8.1. Etalons

Elément	ppm	Lecture sur S.A.A.
Si	10	0,007
Si	20	0,018
Si	50	0,050
Si	100	0,105

Tableau 2.26.- Etalonnage pour la première série des mesures

Elément	ppm	Lecture sur S.A.A.
Si	10	-
Si	20	0,015
Si	50	0,034
Si	100	0,068
Al	20	0,067
Al	50	0,144
Al	100	0,237

Tableau 2.27.- Etalonnage pour la seconde série de mesure

6.2.8.2. Echantillons

- Première série de mesures : Tableau 2.28

Concentration NaOH %	Temps d'agitation minutes	Quantité de Si	
		Lallal middle	Hallam top
5	10	0,006	0,008
5	30	0,006	0,016
5	60	0,006	0,018



Résultats de l'étude de kaolinite  $\leq 5 \mu$

- Seconde série de mesures : Tableau 2.29

Concentration NaOH %	Temps d'agitation minutes	Quantité de Si		Quantité d'Al	
		Lallal middle	Hallam top	Lallal middle	Hallam top
5	10	0,010	0,015	0,006	0,004
5	30	0,009	0,018	0,007	0,005
5	60	0,009	0,017	0,009	0,007
5	180	0,012	0,032	0,031	0,033
20	10	0,004	0,015	0,003	0,007
20	30	0,005	0,015	0,003	0,003
20	60	0,004	0,020	0,004	0,005

Tableau 2.29. Résultats de l'étude de kaolinites  $\leq 5 \mu$   
au spectromètre d'absorption atomique

Etude d'échantillons bruts contenant kaolinite, quartz, micas, etc.

Tableau 2.30

Concentration NaOH	Temps d'agitation minutes	Quantité de Si		Quantité d'Al	
		Lallal middle	Hallam top	Lallal middle	Hallam top
5	10	0,002	0,002	0,000	0,001
5	30	0,005	0,005	0,001	0,001
5	60	0,005	0,006	0,001	0,002
5	180	0,004	0,005	0,003	0,006

Tableau 2.30: Résultats de l'étude d'échantillons bruts au spectromètre d'absorption atomique

### 6.2.9. Interprétation des résultats

Nous avons étudié simultanément Lal Lal middle et Hallam top. Hallam top présente une quantité notable de silicium. Ce silicium ne provient pas de la dissolution de grains de quartz (Tableau 2.30), ni de la dissolution de la kaolinite elle-même, auquel cas il y aurait de l'aluminium provenant de la kaolinite (Tableau 2.29). Ce silicium en léger excès dans Hallam top pourrait venir de silice amorphe.

### 6.3. ETUDE A LA MICROSONDE

Si de la silice amorphe existe effectivement dans les kaolinites d'Hallam, celle-ci pourrait être située entre les feuillets de kaolinite. Nous avons étudié précédemment au microscope électronique (EDAX) une lame mince de granite altéré d'Hallam (8154/H6) qui montrait des empilements de feuillets de kaolinite. Cette étude ne permettait pas de déterminer d'un point de vue qualitatif et quantitatif la silice amorphe au sein de la kaolinite.

La microsonde qui permet une microanalyse élémentaire ponctuelle est plus appropriée à cette étude.

#### 6.3.1. Principe de la microsonde

Cette microanalyse consiste en une analyse du rayonnement X émis par un échantillon bombardé par un faisceau d'électrons localisés. L'analyse quantitative consiste à comparer les intensités X émises par le témoin et l'échantillon dans la même raie et dans les mêmes conditions de bombardement électronique. Les résultats obtenus sont corrigés des effets de numéro atomique d'absorption et de fluorescence par raie caractéristique.

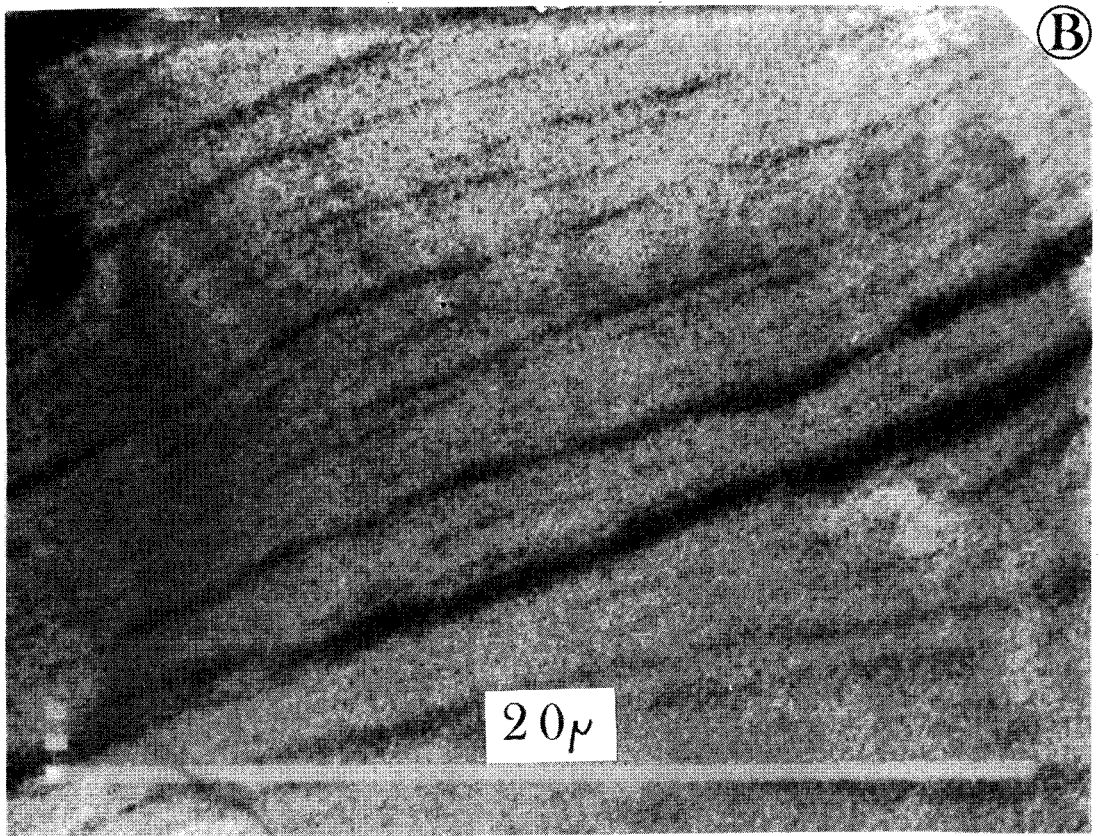
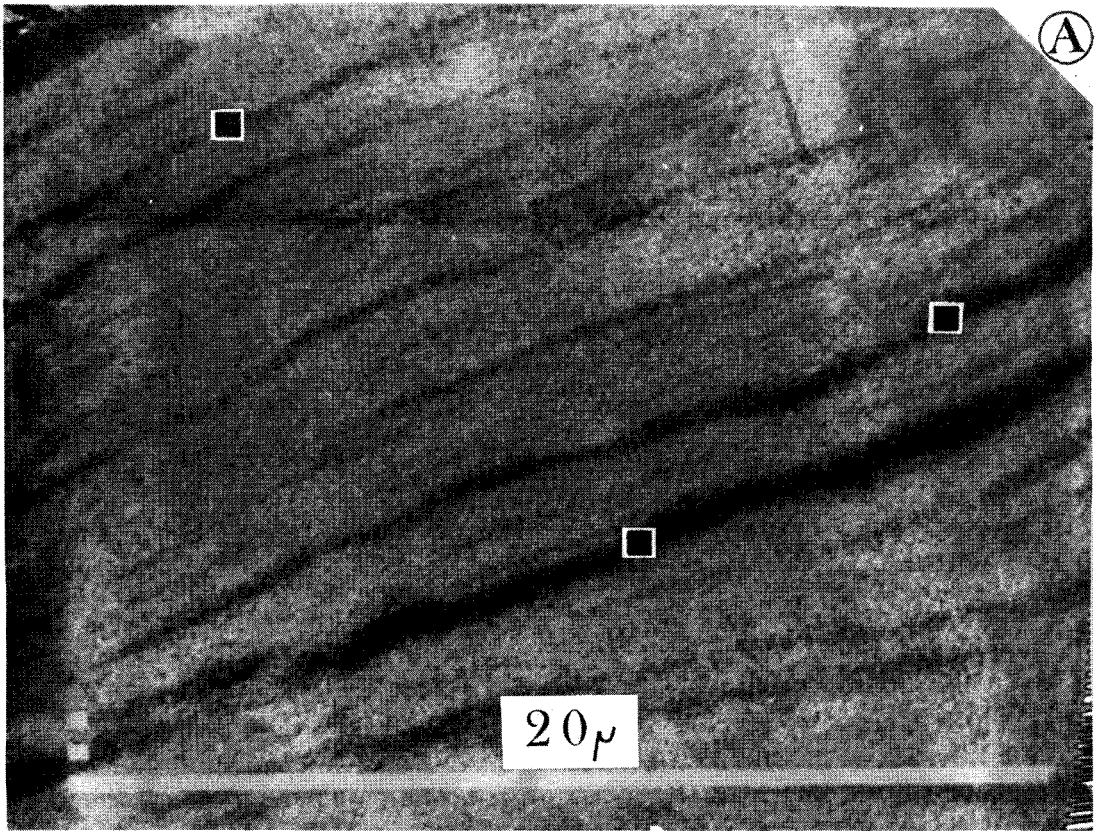
#### 6.3.2. Etude à la microsonde

L'étude a été réalisée sur une microsonde CAMEBAX<sup>+</sup>. Sur la lame 8154/H6 métallisée, un empilement de kaolinite est sélectionné. Des photos X sont réalisées d'une part pour le silicium (A) et d'autre part pour l'aluminium (B). Nous constatons que ces photos sont identiques. S'il y avait de la silice

---

<sup>+</sup> De l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille.

Cette microsonde électronique est entièrement automatisée et est équipée de trois spectromètres qui permettent l'utilisation simultanée des trois cristaux analyseurs PET, TAP et LIF.



11

Photographies X A : Si  
B : Al

x 1000

amorphe entre les feuillets, la photo X du silicium aurait présenté des bandes plus blanches à la place des bandes noires obtenues (pointées sur la photo A). En effet, l'élément recherché ressort en blanc sur les photos X.

Une analyse quantitative a cependant été réalisée. Nous avons étudié la plage de kaolinite représentée par les photos précédentes en effectuant une analyse tous les 2 microns.

Nous avons choisi d'analyser dans leur raie K, les éléments suivants : Si, Al, Fe, Mg, Ca, Na, K, Ti, Mn. Les témoins de référence sont l'albite (pour Na, Si, Al), l'andradite (pour Fe, Ca), l'orthose (pour K) et des oxydes purs pour les autres éléments.

Les résultats sont exprimés en concentration massique d'oxydes. Les meilleures fermetures atteintes sont de l'ordre de 98 %. Les bandes noires signalées plus haut montrent une fermeture inférieure à 30 % (les numéros correspondant à ces sites sont mis entre parenthèses dans le tableau consignant les résultats). Une normalisation à 100 % est effectuée pour permettre des comparaisons directes (Tableau 2.31)

Cette analyse qui correspond bien à une kaolinite, permet de conclure qu'il n'y a pas de silice amorphe.

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	MnO	Total
1	53,30	43,10	2,84	0,37	0,04	0,07	0,01	0,04	-	99,80
2	55,10	41,30	2,70	0,40	0,07	0,05	-	0,07	-	99,70
1	53,80	43,10	1,84	0,53	0,01	0,01	0,31	0,39	0,04	100,00
2	53,60	42,80	1,99	0,30	0,04	0,06	0,15	0,25	0,08	99,00
3	54,00	43,50	1,70	0,25	0,04	0,06	0,14	0,11	-	99,70
4	53,80	43,00	1,81	0,50	0,09	0,01	0,24	0,16	0,16	99,60
(5)	54,20	43,20	1,60	0,37	-	0,05	0,11	0,21	-	99,70
(6)	52,80	44,10	1,92	0,24	0,10	0,06	0,13	0,41	-	99,40
(7)	53,60	43,20	1,96	0,25	0,06	0,05	0,14	0,52	0,04	99,80
8	54,60	42,60	2,05	0,31	0,06	0,04	0,12	0,23	-	100,00
(9)	53,10	43,80	2,22	0,22	0,05	0,05	0,06	0,33	-	99,50
10	54,30	42,30	2,19	0,32	0,05	0,06	0,14	0,06	-	99,40
11	54,60	42,70	1,69	0,42	0,01	0,08	0,12	0,25	0,06	99,90
(12)	51,10	46,60	0,95	0,34	0,07	0,07	-	0,61	0,07	99,20
(13)	50,10	43,90	1,31	0,22	0,11	-	-	2,73	-	97,50
14	53,90	42,90	1,79	0,42	0,06	0,08	0,16	0,48	-	99,30
15	52,80	43,40	1,89	0,51	0,04	0,04	0,25	0,37	-	99,00
16	54,60	42,70	1,55	0,33	0,06	0,04	0,13	0,50	0,12	100,00
T	54,00	42,80	2,00	0,39	0,05	0,05	0,15	0,26	0,04	99,70

Tableau 2.31.- Analyse chimique de la kaolinite

(Lame 8154 /H6) (photographies n° A et B)





**Interprétations**  
**et**  
**conclusions**

C O N C L U S I O N

L'étude présentée dans ce mémoire nous permet de déterminer quels sont les kaolins proches des grands centres industriels du Victoria, utilisables pour le couchage du papier.

Les kaolins de Lal Lal sont blancs et présentent une viscosité faible pour une forte concentration en matière sèche. Ils répondent au critère de sélection d'une charge de couchage.

Les kaolins de Pittong sont eux aussi, utilisables pour le couchage. Leur exploitation est d'ailleurs commencée dans ce but depuis quelques années. Les échantillons les moins visqueux (Pittong top et middle) ont une couleur jaunâtre qui est neutralisable alors que les échantillons très blancs présentent une viscosité supérieure et une légère dilatance qui rend leur emploi dans le couchage délicat.

Cette dilatance entraîne, en effet, des difficultés dans l'étalement de la sauce de couchage. L'interprétation de cette différence de qualité au sein d'une même carrière n'a pas été envisagée dans le cadre de cette étude.

Les kaolins d'Hallam, Bulla et Pyalong présentent une forte viscosité pour une concentration solide faible ce qui les rend inaptes au couchage. Ils sont par ailleurs rarement blancs.

Les analyses chimiques de la fraction argileuse des kaolins étudiés et de kaolinites sont similaires.

Au sein des échantillons qui présentaient une forte viscosité, on décèle la présence d'un excès de silice (dans Hallam) et la présence de cations tels que le magnésium, calcium, sodium et potassium et des anions (dans Hallam et Bulla). Pour Hallam, nous interprétons ce fait comme le résultat d'un mauvais drainage au sein de la carrière, ne permettant donc pas le lessivage de la silice et des alcalins par exemple.

Pour Bulla, nous nous demandons comme GASKIN, si le kaolin considéré comme le résultat de l'altération météorique d'un granodiorite, ne provient pas plutôt d'une altération hydrothermale, auquel cas des études devraient être menées pour interpréter la présence de ces cations et anions.

Il nous semble possible de corréler la présence de ces cations à la viscosité. Ces cations en excès favoriseraient la floculation des argiles et donc augmenteraient la viscosité. Cependant, des études devraient être menées pour mesurer la surface spécifique des argiles, le pH des suspensions eau-argile et le potentiel électrocinétique, ce qui permettrait de déterminer plus précisément les facteurs d'augmentation de viscosité.

L'étude des diagrammes obtenus par diffraction des rayons X confirme la nature kaolinique de la fraction argileuse. L'étude de la cristallinité par l'observation de l'étalement de certains pics, montre que les échantillons qui présentaient une forte viscosité sont désordonnés suivant l'axe b, alors que les échantillons à faible viscosité sont bien cristallisés, ce qui nous autorise à corréler la viscosité au désordre d'empilement des feuillets d'argile. Ces désordres peuvent être imputés à des atomes intercalaires ou à des sites vacants. Ce point reste à approfondir. Nous interprétons le désordre d'empilement des feuillets d'Hallam comme le résultat d'une transformation physique due à des alternatives d'humectation et de dessiccation.

L'étude menée au microscope électronique à balayage montre que les argiles faiblement cristallisées comme celles d'Hallam sont composées de plateaux plus fins. Ils présentent donc plus de bords individuels et de coins susceptibles de causer des frictions et par là d'augmenter la viscosité. Les échantillons d'Hallam présentent par ailleurs plus d'associations face-face en "livre" que Lal Lal et Pittong. Ces épaisses formations peuvent développer des blocages de cisaillement. Nous relierions l'existence de ces livres à des phénomènes d'attraction entre les feuillets d'argile dus à la présence des cations sodium, potassium, calcium, magnésium. Il serait donc intéressant de compléter ce travail par la vérification de la nature de l'altération des roches mères et l'approfondissement de l'étude de la fraction argileuse.

Cependant, dès à présent, il paraît possible d'exclure de l'utilisation dans le couchage du papier, les gisements de kaolins situés dans des régions où le drainage est mauvais.

**B I B L I O G R A P H I E**

BIBLIOGRAPHIE

ALTSCHULER Z.S., DWORNIK E.J., KRAMER H. (1964)

Genesis of kaolinite from montmorillonite by weathering : structural and morphological evidence of transformation. *Proc. of the 12th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

ANDREW J.M.C., MARSDEN M.A.H. (1973)

Regional guide to Victorian geology. *School of Geology, University of Melbourne, Australia.*

BATES T.F., COMER J.J. (1955)

Electron microscopy of clay surfaces. *Proc. of the 3th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

BATES T.F. (1964)

Geology and mineralogy of the sedimentary kaolins of the south eastern United States. *Proc. of the 12th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

BAUDIN G. (1967)

Absorption atomique.

*Tecnologie de l'Ingénieur*, P 2825-1-15.

BELL G., WHITING R.G. (1966)

Geology of the Melbourne District, Victoria. *Geological survey of Victoria, Bull. n° 59. Mines Department Melbourne, Victoria, Australia.*

BONNIN D., MULLER S., CALLAS G. (1982)

Le fer dans les argiles kaoliniques : étude par spectrométrie Mossbauer, R.P.E., EXAFS. *Bull. Mineral.*, 105, p. 467-475.

BRINDLEY G.W. (1961)

kaolin, serpentine and kindred mineralo. The X-ray Identification and crystal structures of clay - minerals. Chap. II, p. 51-131. *Mineralogical Society of Great Britain Monograph.*

BROWN G. (1961)

X-Ray identification and cristal structures of clay minerals.  
*Mineralogical Society, Londres.*

BROWN D.A., CAMPBELL K.S.W. et CROOK K.A.W. (1968), The geological evolution of Australia and New Zealand. *Pergamon Press, London et Paris.*

BUIE B.F. (1964)

Possibility of volcanic origin of the cretaceous sedimentary kaolin of South Carolina and Georgia. *Proc. of the 12 th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

BUNDY W.M., JOHNS W.D., MURRAY H.H. (1966)

Interrelationships of physical and chemical properties of kaolinites.  
*Proc. of the 14th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

BUSH D.C., JENKINS R.E. (1966)

Séparation of swelling clay minerals by a centrifugal method. *Proc. of the 14th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

CAILLERE S., HENIN S. (1963)

*Minéralogie des argiles. Masson Ed., Paris.*

CAILLERE S., HENIN S., RAUTUREAU M. (1982)

*Minéralogie des argiles, 2ème édition, Tomes 1 et 2, Masson Ed.*

CARROLL D. (1970)

Clay minerals. A guide to their X-ray identification. Special paper n°126.  
*Geol. Soc. of America.*

CONLEY R.F. (1966)

Statistical distribution patterns of particle size and shape in Georgia kaolins. *Proc. of the 14 th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

CROSS M.M. (1965)

*J. Colloid. Sci., 20, 417.*

DEER, HOWIE, ZUSSMAN (1966)

An Introduction to the rock forming mineral. John Wiley & sons.,  
New York.

DELON J.F. et Co. (1982)

Possibilités d'emploi des kaolins des Charentes dans le couchage des  
papiers et cartons. *Bull. Minéral.*, 105, 571-581.

DOUGLAS J.G., FERGUSON J.A. (1976)

Geology of Victoria. *Geol. Soc. of Australia*, Special publication n°5,  
Melbourne.

DURKAN T.M. (1946)

Determination of free silica in industrial dust. *J. Indust. Hyg.*, 28:217.

GARD J.A. (1971)

The electron optical investigation of clays. Gard Ed.



GARIN P. (1982)

Préparation industrielle des argiles kaoliniques par voie sèche. *Bull.  
Minéral.*, 105, p. 527-533.

GASKIN A.J. (1944)

Kaolinised granodiorite in the Bulla-Broadmeadows area.

*Proc. R. Soc. Vict.*, 56, p. 1-18.

GASKIN A.J., GARRETT W. (1956)

Notes on clay deposits, Victoria. Rep. Div. Ind. Chem. C.S.I.R.O., Austr.,  
(Unpublished)

GILL E.D. (1964)

Rocks contiguous with the basaltic cuirass of Western Victoria. *Proc. R. Soc.  
Vict.*, 77, p. 331-355.

GILLOT J.E. (1968)

Clay in Engineering Geology. CH.7, Strength and Rheology of Clays.  
Elsevier. Pb. NY.

GOVINDARAJV *et al.* (1972)

Analyse directe sur poudre par spectrométrie d'absorption atomique : dosage  
du rubidium et lithium.

*Bull. Soc. franç. Céram.*, 96, 47.

GRANT W.H. (1963)

Weathering of stone mountain granite. *Proc. of the 11th Nat. conf. on  
clays and clay minerals.*

GREEN H. (1956)

Industrial rheology and rheological structures, Chapman and Hall Ltd, London.

GRIM R.E. (1962)

Applied clay mineralogy. McGraw Hill Book Company.

GUINIER A. (1964)

Théorie et technique de la radiocristallographie. Dunod Ed.

HAUKKA M.T., THOMAS I.L. (1977)

Total X-ray fluorescence analysis of geological samples using a low dilution  
lithium metaborate fusion method. Matrix corrections for major elements.  
*X.-ray Spectrometry*, v. 6, n°4, p. 204-211.

HEINRICH E.W. (1965)

Microscopic identification of minerals. McGraw Hill, Book Company, London,  
New York.



HINCKLEY D.N. (1963)

Variability in crystallinity values among the kaolin deposits of the coastal plain of Georgia and South Carolina. *Proc. of the 11th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

HIRSCH H., DAVIHLEN W. (1932)

Action of phosphoric acid on ceramic raw materials as well as calcined products and a new method for the national analysis of clays. *Ber. Deutscher. keram., Ges.* 13-54.

HUNTER R.J. (1963, 1969, 1970, 1971)

*in* VANDER POORTEN (1978)

HUNTER R.J., FRIEND J.P. (1970)

Flow behaviour of colloidal suspensions. *chemica* 70. Session 5, Melbourne and Sydney, 19-26 Aug. 1970. *Austr. Academy of Sci.*

HUNTER R.J. (1971)

Flow behaviour of kaolinite suspensions. Applied colloid and surface chemistry presented by Univ. Melbourne (Australia).

HUNTER R.J. (1971)

Rheology of real systems. Applied colloid and surface chemistry presented by Univ. of Melbourne (Australie)

IANNICELLI J., MILLMAN N. (1966)

Relation of viscosity of kaolin water suspensions to montmorillonite content of certain Georgia clays. *Proc. of the 14th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

JAUSSAUD B., VALETTE P. (1974)

Papiers et cartons couchés. Théorie et pratique. ATP.

JEPHCOTT C.M., WALL H.F.V. (1969)

Determination of quartz of various particle sizes in quartz-silicate mixture.  
*Arch. Ind. Health, Univ. of Melbourne, (Australia)*

JONAS E.C. (1964)

Petrology of the dry branch, Georgia, Kaolin deposits. *Mem. Geol. Surv. Victoria (Australia)*

KEBLE R.A., WATSON J.C. (1952)

Clay and shale deposits of Victoria. *Mem. geol.Surv. Victoria (Australia)*.13.

KELLER W.D. (1968)

Principles of chemical weathering. Lucas Brothers publishers, Columbia.

KINDNER R.L., VENDRELL J.R. (1963)

Clay mineral effects on the stress-strain response of soils in direct shear.  
*Proc. of the 11th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

KNIGHT J.L. (1952)

Search for fireclay at Dandenong and Hallam. *Min. Geol. J. Vict.*, 415,  
p. 34-37.

KRIZEK J., FRANKLIN A.G. (1967)

Viscoelastic shear response of a kaolinite. *Proc. of the 15th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

KRUMBEIN W.C. (1938)

Manuel of sedimentary petrography. Methods of size analysis, p.167-181,  
Chapter 6.

LECLERCQ F. (1976)

Le Permien des Friendly Beaches, Tasmanie orientale, Australie.  
Thèse de 3<sup>e</sup> Cycle, Lille

LEROY A. (1955)

Variations in viscosity of clay - water suspensions of Georgia kaolins.  
*Proc. of the 3th Nat. conf. on clay and clay minerals.*

LIPPMANN F. (1981)

Stability diagrams involving clay minerals . *8th Conf. on clay mineralogy and petrology in Teplice.* Univ. Carolina Pragensis. J. Konta Ed.

Mc QUEEN I. (1977)

Abbreviated operating instructions. *Chem. Engineering*, Dept. Univ. of Melbourne

MARIEE M., PINTA M. (1970)

Terminologie en absorption atomique  
*Méthodes physiques d'analyses (GAMS)*, Vol. 6, n° 4, Décembre 1970.

MESTDAGH M.M., VIELVOYE L., HERBILLON A.J. (1980)

Iron in kaolinite : II. The relationship between kaolinite crystallinity and iron content. *Clay Minerals*, vol. 15, n°1, p. 1-13.

MICHAELS A.S., BOLGER J.C. (1962)

*Ind. Eng. Chem. Fundamentals*, 1, 153.

MURAT M. (1982)

Correlation entre l'état d'amorphisation et l'hydraulicité du métakaolin.  
*Bull. Minéral.*, 105, p. 543-555.

MURRAY H.H. (1956)

Correlation of paper-coating quality with degree of crystal perfection of kaolinite. *Proc. of the 4th Nat. conf. on clays and clay mineral.*

MURRAY H.H. (1963)

Industrial applications of kaolin. *Proc. of the 10th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

MURRAY P.R. (1981)

Paper and people. Australian paper manufactures Ltd. Burrows J and D. Ed., Blackburn, Victoria.

NORTON F.H. (1955)

Flow properties of the kaolinite water system. *Proc. of the 3th Nat. Conf. on clays and clay minerals.*

OLPHEN (Van) H. (1963)

Clay colloid chemistry. *Interscience publishers, New York, London.*

OPIK and al. (1957)

The cambrian geology of Australia. *Bull. Dept. of Nat. Developpt. Commonwealth of Australia, n° 49.*

ORMSBY W.C., WITUCKI R.M. WYLL W.A. (1956)

Effect of wetting agents on the deformation behavior of kaolinite-water systems. *Proc. of the 4th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

OUCHARENKO F. ., NICHIPORENKO S.P., KRUGLITSKII N.N., TRETINNIK V.Y (1967)

Investigation of the physicochemical mechanics of clay-mineral dispersions. *Israel program for Scient. Translations, Jérusalem, P.A. Rebinder Ed.*

PERSOZ B. (1962)

Viscosité. Mesures et Analyses. *Techniques de l'Ingénieur, Paris, p. 3305-3307.*

ROGERS J.J.W., ADAMS J.A.S. (1966)

Fundamentals of Geology. A text in Physical Geology. Harper's Geosc. series, Harper and Row Ed., New York, Ch. 9-10.

SPENCER , JONE (1967)

The brick and tile : industry in geology of the Melbourne district, Victoria.  
*Bull. geol. Surv. Vic.*, 59, p. 74-75.

STEGER W. (1943)

Determination of free silicic acid. *Staub* 20:20.

TALVITIE (1951)

Determination of quartz in presence of silicates using phosphoric acid.  
*Analyt. chem.*, 23, 623.

TAN S.H. (1976)

Industrial minerals and rocks. *Eco. Geol. of Austr. Bull. geol. Surv. Vict.*

TCHOUBAR C., PLANÇON A., SOW C. (1982).

Caractéristiques structurales des argiles kaoliniques des Charentes.  
*Bull. Mineral.*, 105, p. 497-491.

THIRY M. (1982)

Les kaolinites des argiles de Provins : géologie et cristallinité  
*Bull. Minéral.*, 105, p. 521-526.

VANDER POORTEN H., MOORTGAT G., RENARD J. (1978)

La rhéologie en céramique. Propriétés des barbotines. *La Ceramica*, n° 4,  
Bologne, Luglio-Agosto , 1978.

VAN OLPHEN H. (1963)

Clay colloid chemistry. *Interscience publishers*, New York, London.

VAN WAZER, J.R., LYONS J.W., KIM K.Y., COLWELL R.F. (1963)

Viscosity and flow measurement. *Interscience publishers*, New York, London,  
p. 129-135.

VEEVERS J.J., McELHINNY M.W. (1966)

The separation of Australia from other continents. *Earth Sci. Rev.*, V.12, n° 213, p. 139-160.

VELDE B. (1977)

Clays and clay minerals in natural and synthetic systems. *Elsevier scientific publishers*, Amsterdam, Oxford, New York.

VILARS J. (1961)

Aspects techniques de la fabrication des pâtes et du papier. *Ing. I.C.R.*

WEYL W.A. (1959)

Une nouvelle méthode d'étude de la chimie de l'état solide et son application aux problèmes des industries des silicates. *Revue silicates industriels.*

WOOD W.H., GRANQUIST W.T., KRIEGER J.M. (1956)

Viscosity studies on dilute clay mineral suspensions. *Proc. of the 4th Nat. conf. on clays and clay minerals.*

WORKALL W.F. (1969)

Raw materials. Institute of Ceramics. Textbook series. Maclaren & sons Ltd, London.

WORRAL W.F. (1975)

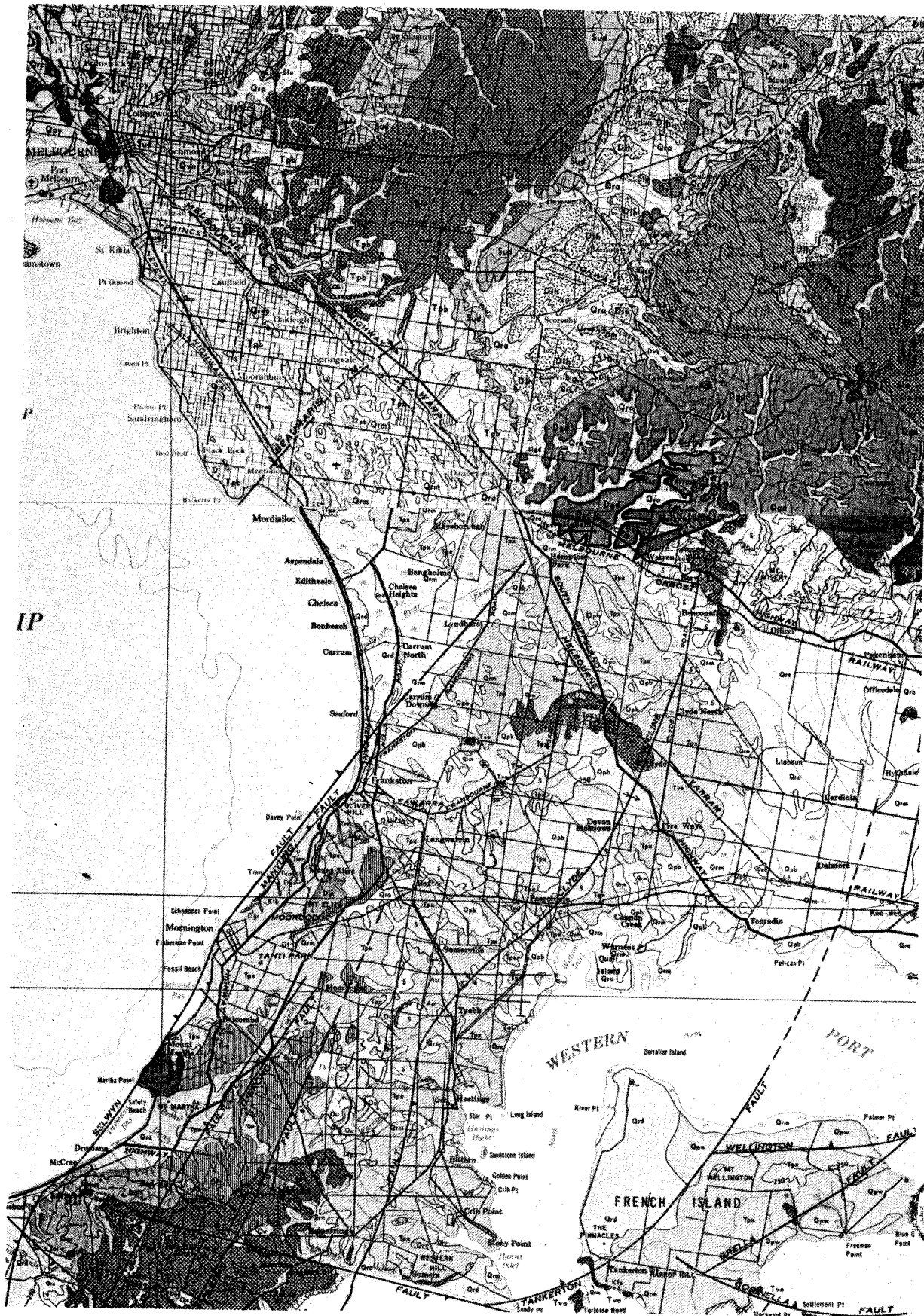
Clays and ceramic raw materials. Applied Science Publishers, London.

# ANNEXES

A N N E X E I

EXTRAITS DES CARTES GEOLOGIQUES DE MELBOURNE  
ET BALLARAT AU 1/250 000 (Hallam, Lal Lal,  
Pittong, Bulla)





HALLAM



PITTONG

LALLAL



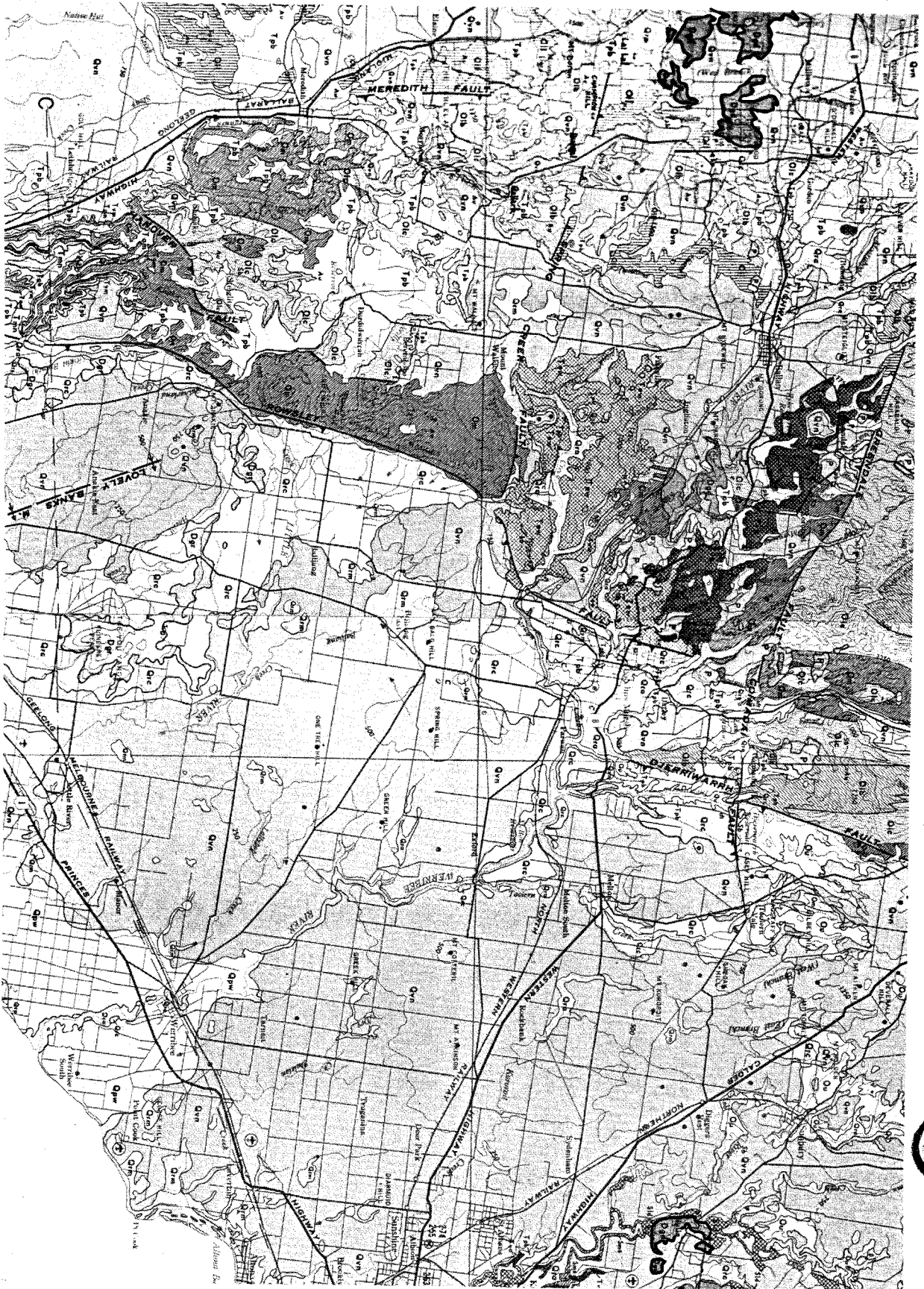
BULLA

PORT  
PHILLIP

HALLAM

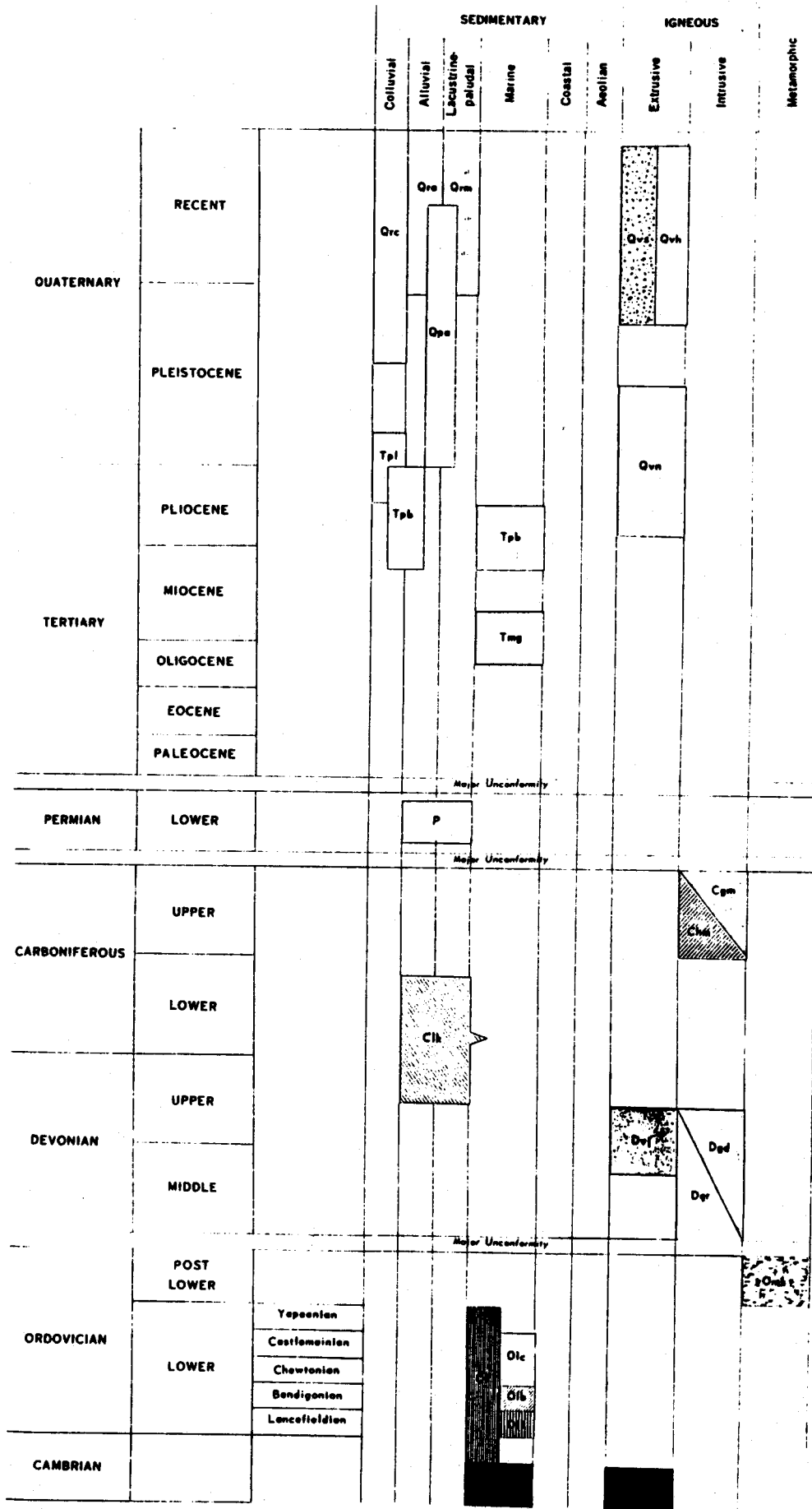


LALLAL



BULLA





Newer Volcanics

Brighton Group (in part)

Grampians Group



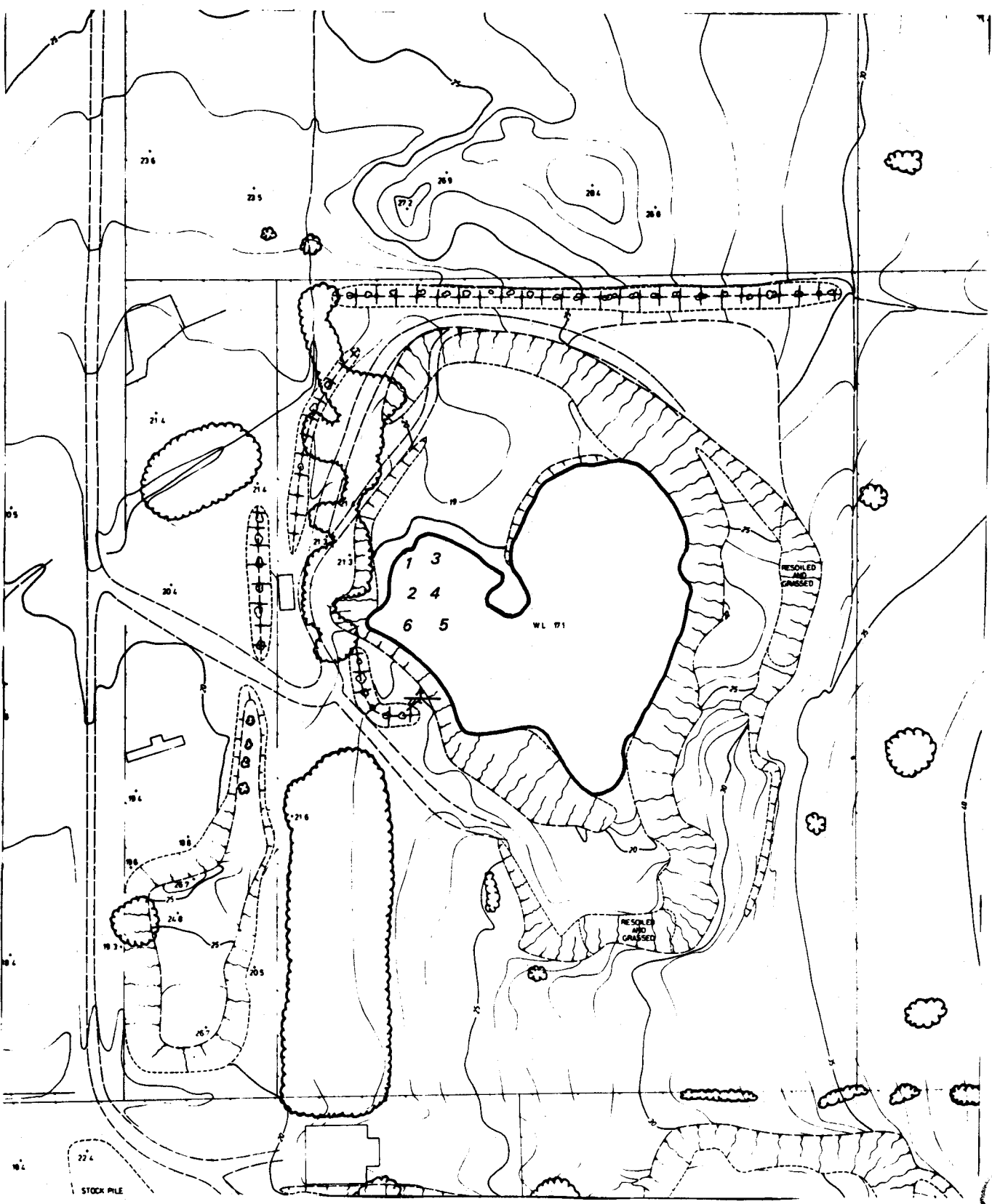
ECHELLE STRATIGRAPHIQUE






A N N E X E I I

SCHEMAS DES CARRIERES D'HALLAM,  
DE LAL LAL ET DE PITTONG.

# HALLAM

-221-

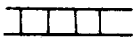
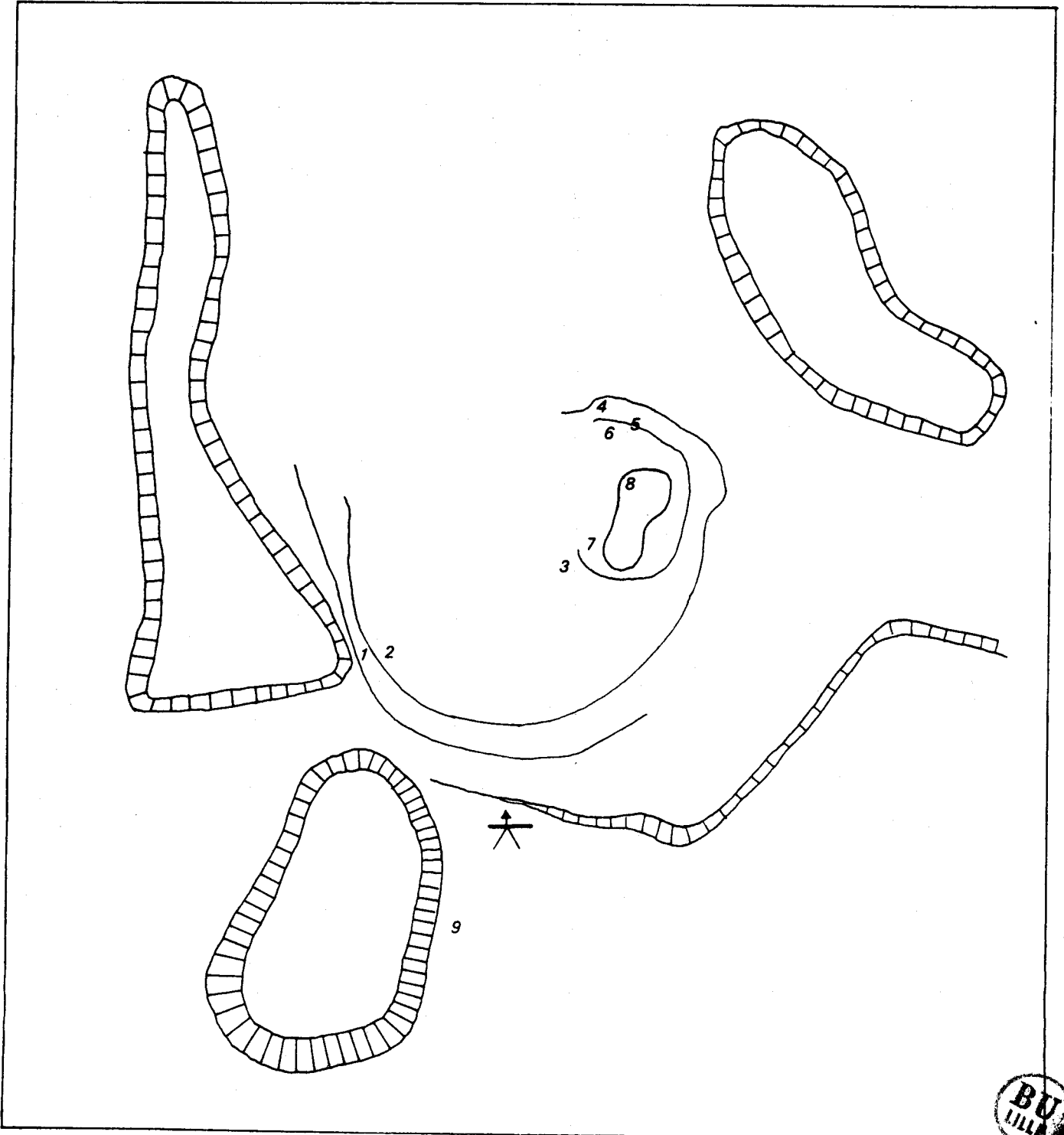


-  plantations
-  talus
-  route
-  limite de la zone exploitée
-  direction de la prise de vue

100 m



LAL - LAL



ralus



direction de la prise de vue

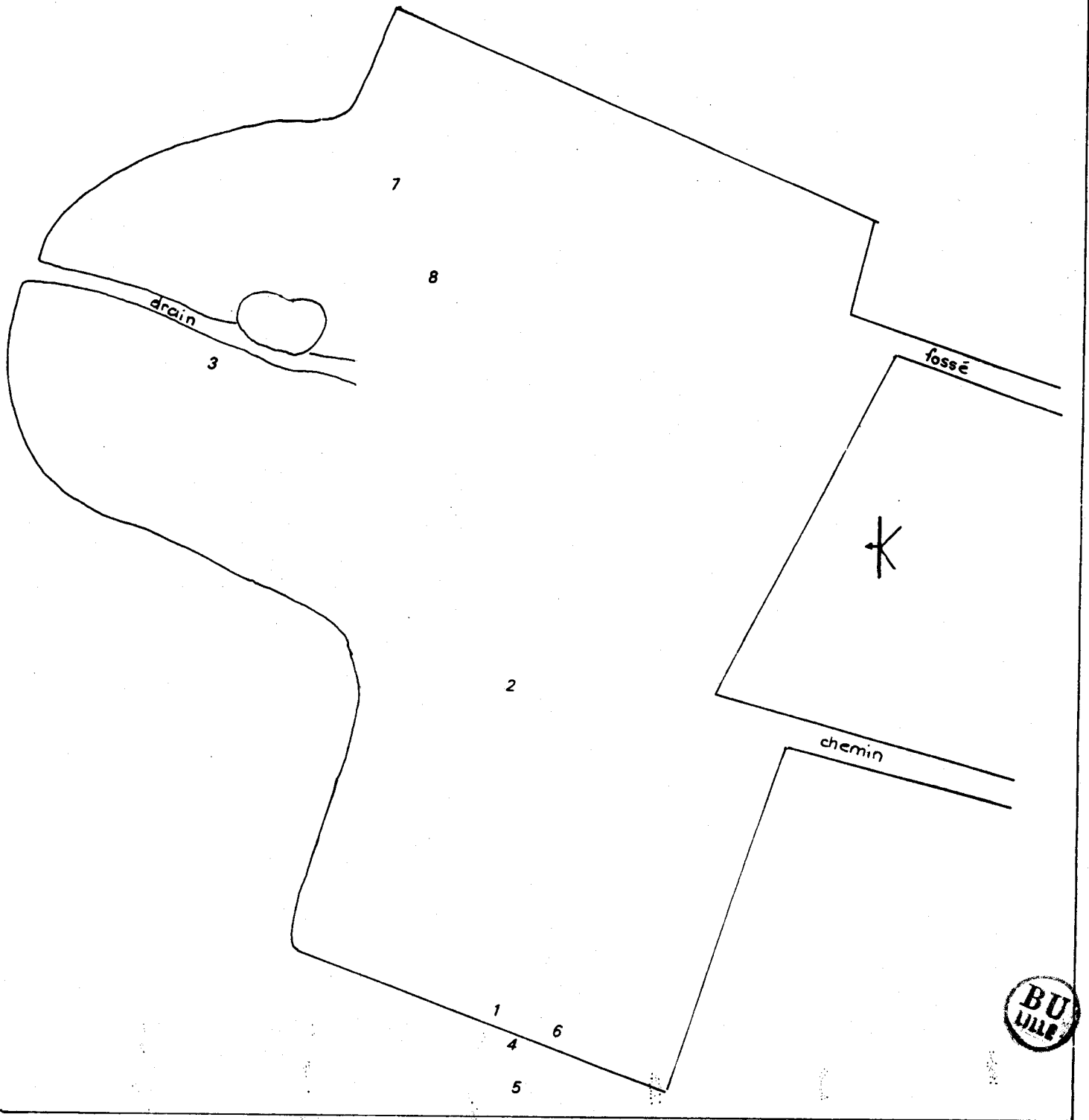
100 m






# PITTONG

-225-



 direction de la prise de vue



A N N E X E    I I I

FORMULE DE STOKES

$$V = \frac{2}{9} \frac{r^2 (d_s - d_f) g}{\eta}$$

où V : rapidité de précipitation des particules de forme sphérique en cm/s

r : rayon des particules en cm

$d_s$  : masse volumique du solide en g/cm<sup>3</sup>

$d_f$  : masse volumique du fluide en g/cm<sup>3</sup>

g : accélération de la pesanteur en cm/s<sup>2</sup>

$\eta$  : viscosité du fluide en dynes cm/s<sup>2</sup>

Cette formule s'applique en principe à des particules de forme sphérique. Cependant, STOKES a introduit le rayon équivalent égal au rayon d'une sphère qui précipiterait à la même rapidité que la particule donnée.



A N N E X E IV

CENTRIFUGEUSE

1. Calcul du temps de la centrifugation

Nous nous servons de la loi de Stokes :

$$v = \frac{2}{9} \frac{r^2 (d_1 - d) g}{\eta}$$

Nous obtenons, pour la centrifugeuse

$$\log_e \frac{X_2}{X_1} = \frac{2}{9} \frac{r^2 (d_1 - d)}{\eta} \mu^2 t$$

où  $X_2$  est la distance de l'axe de la centrifugeuse jusqu'au fond du tube et  $X_1$ , la distance de l'axe de la centrifugeuse jusqu'au niveau supérieur du liquide

$\mu$  = vitesse angulaire

t = temps de centrifugation

$$\text{soit } \log_{10} \frac{X_2}{X_1} = 3,81 \frac{r^2}{\eta} (d_1 - d) N^2 t$$

où N est le nombre de révolutions par seconde.

Le temps nécessaire pour centrifuger est donc :

$$t_1 = \frac{\log_{10} \frac{X_2}{X_1} \cdot \eta}{3,81 r^2 N^2 (d_1 - d)}$$

Pour notre étude, nous avons :

N = 2000 révolutions par seconde

r = 0,000025 cm

d = 0,9982

(la densité du fluide est considérée comme étant celle de l'eau pure, résultat de séparations successives)

$d_1$  = 2,65 (valeur généralement acceptée pour la densité des particules d'argile)

Calcul de Na					
TEMPS (secondes)	10	20	30	40	50
vitesse (tours/seconde)	600	1300	1600	1800	2000
vitesse/60	10	21,67	26,67	30,00	33,33
$\sqrt{\frac{\text{vitesse}}{60}}$	100 + 469,59 + 711,29 + 900,00 + 1110,89 = 3291,7689				
$Na = \sqrt{\frac{3291,7689}{5}} \approx 25,6$					
Calcul de N $\tau$					
TEMPS (secondes)	10	20	30	40	
Vitesse tours/seconde	2000	1400	900	300	
Vitesse/60	33,33	23,33	15,00	5	
$\sqrt{\frac{\text{vitesse}}{60}}$	1110,89 + 544,29 + 225 + 25 = 1905,18				
$N \tau = \sqrt{\frac{1905,18}{4}} = 21,8$					



Tableau 1 : Calcul de Na et N $\tau$

$\eta = 0,0101$  à température constante de  $20^{\circ}\text{C}$

$X_2 = 16,8$  cm

$X_1 = 6,8$  cm

Pour obtenir en suspension les particules inférieures ou égales à 0,5 microns, 15 minutes 13 secondes de centrifugation sont nécessaires. A ce temps, il faut rajouter un temps de correction.

Un test a été effectué pour contrôler la température de la suspension pendant la centrifugation. Même après 30 minutes de centrifugation continue, il n'y a pas de variation notable de la température. La chaleur soustraite par l'évaporation est balancée par l'augmentation de chaleur dérivant de la friction des containers en métal contre l'air dans la centrifugeuse.

## 2. Calcul du temps de correction

La centrifugeuse qui démarre au temps  $t = 0$ , met "a" secondes pour atteindre la vitesse demandée. A "b" secondes, nous coupons le courant.

La centrifugeuse s'arrête à "c" secondes.

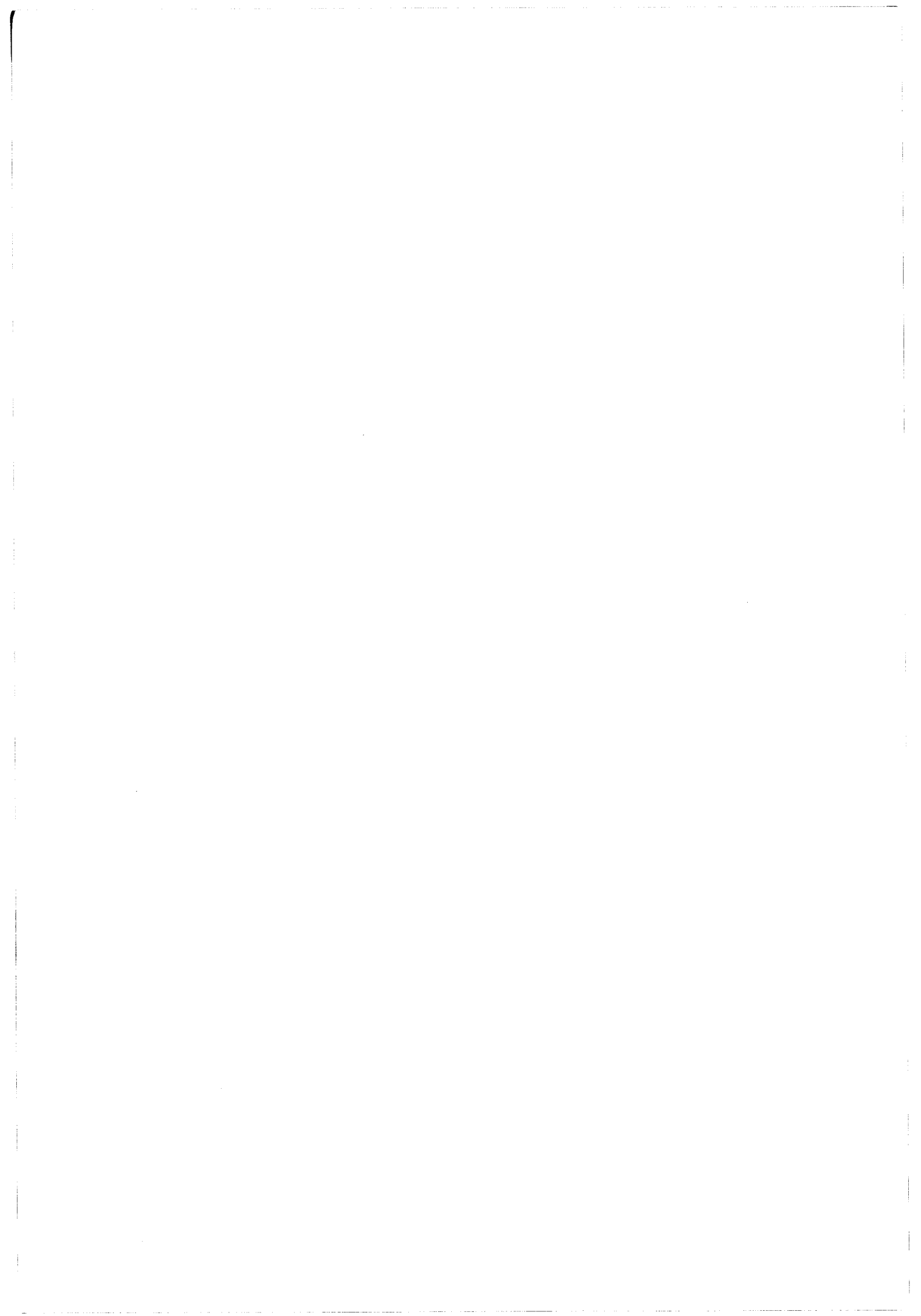
soit temps total =  $(b - a) + a \frac{N_a^2}{N^2} + (c-b) \frac{N_c^2}{N^2}$

où  $N_a$  : racine carrée moyenne du nombre de révolutions par seconde durant l'accélération

et  $N_c$  : racine carrée moyenne du nombre de révolutions par seconde durant le ralentissement (Tableau I )

En remplaçant, par les valeurs obtenues (temps pris pour atteindre la vitesse maximum désirée = 45 s, temps pris par la machine pour stopper après coupure du courant = 30 s).

Nous obtenons une correction de 30 secondes à ajouter aux 15 minutes et 13 secondes de centrifugation. Le temps de centrifugation sera donc de 15 minutes 43 secondes.





A N N E X E V

CALCUL DU MOMENT DU COUPLE  
(VISCOSIMETRE A CYLINDRES COAXIAUX)

Le moment du couple transmis par le liquide supposé newtonien est :

$$M = 4 \pi \eta h w \frac{R^2 r^2}{R^2 - r^2}$$

M : moment du couple

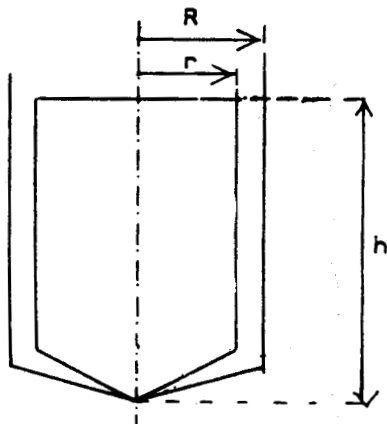
$\eta$  : viscosité du liquide

h : hauteur utile des cylindres

w : vitesse angulaire du cylindre par rapport à l'autre (en radians par unité de temps)

R : rayon intérieur du grand cylindre

r : rayon extérieur du petit cylindre



La vitesse de déformation a pour valeur

$$2 w \frac{R^2}{R^2 - r^2}$$

au voisinage immédiat du cylindre intérieur,

et la contrainte :  $\tau = \frac{M}{2 \pi h r^2}$

et  $2 w \frac{r^2}{R^2 - r^2}$

et  $\tau = \frac{M}{2 \pi h R^2}$

au voisinage immédiat du cylindre extérieur

Cas d'un liquide non newtonien

Il s'agit de tracer  $\tau$  la courbe de  $D$  (vitesses de cisaillement) en fonction de  $\tau$  (contrainte) connaissant les valeurs du moment  $M$  pour différentes valeurs de la vitesse de rotation  $w$ .

Il est facile d'établir les relations suivantes :

$$\tau_r = \frac{M}{2 \pi h r^2} \quad D_r = 2 M \frac{dw}{dM} + D_R$$

Les indices  $r$  et  $R$  sont relatifs aux parois des cylindres intérieur et extérieur.

$h$  est la hauteur commune des cylindres .

Si  $r \ll R$  le terme  $D_R$  n'est qu'une correction. On procède par approximations successives.

Si  $R - r \ll r$ , la couche de liquide soumise à la contrainte moyenne donne en première approximation :

$$\tau = \frac{M}{4 \pi h} \frac{R^2 + r^2}{R^2 - r^2}$$

$$D = w \frac{R^2 + r^2}{R^2 - r^2}$$

A N N E X E V I

SCHEMA DU VISCOSIMETRE

(Epprecht-Rheomat 15)

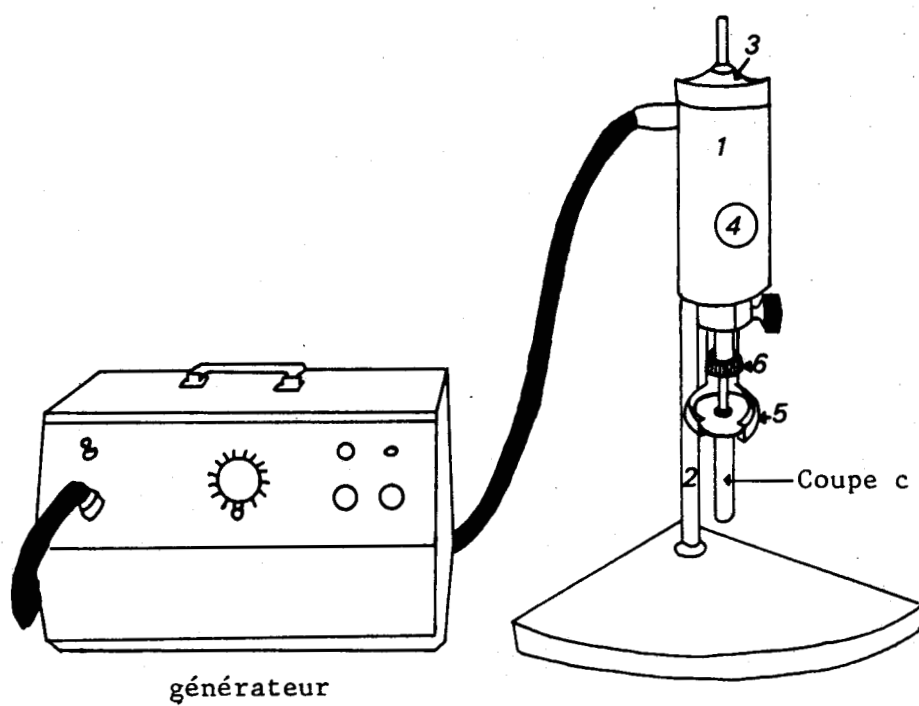


Schéma du viscosimètre

1. Rhéomètre
2. colonne de fixation
3. cadran de lecture
4. bouton amortisseur des oscillations de la flèche de lecture
5. plate-forme
6. système de fixation du pendule



LES KAOLINS DE L'ETAT DE VICTORIA (AUSTRALIE).  
LEUR UTILISATION DANS LE PAPIER COUCHE.



RÉSUMÉ :

L'étude des kaolins de l'Etat de Victoria est abordée dans un but économique. Ces kaolins peuvent-ils être utilisés dans le papier couché ? Possèdent-ils des qualités de blancheur, de non abrasivité et d'aptitude à la mise en suspension ? Ce dernier point est primordial.

En effet, pour que la couche minérale (ici, du kaolin) à laquelle sont ajoutés des liants, soit déposée sur la feuille de papier, dans des conditions optimales, elle doit être suffisamment fluide.

Les propriétés rhéologiques des systèmes eau-argile de diverses carrières sont donc étudiées, ce qui permet de classer les kaolins de Lal Lal et Pittong comme bons et ceux de Bulla, Hallam et Pyalong comme inadaptés au couchage.

Pour caractériser ces kaolins, plusieurs études sont entreprises. La présence d'impuretés au sein de la fraction argileuse est décelée par une analyse chimique en fluorescence X. Le degré de cristallinité est apprécié par diffractométrie. La morphologie et le mode d'assemblage des particules argileuses est observée au microscope électronique à balayage. Ces études permettent de corréler les propriétés cristalochimiques, superficielles et rhéologiques des kaolins.

Mots-clés : kaolin, viscosité, rhéologie, papier couché, Victoria, Australie.