

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République algérienne démocratique et populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب

Université –Ain Temouchent- Belhadj Bouchaib

Faculté des Sciences et de Technologie

Département de Génie Mécanique



Projet de Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme de Master en : Génie des procédés des matériaux

Domaine : Sciences et Technologie

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie des procédés des matériaux

THEME

Traitement, modification et caractérisation d'une argile algérienne

Présenté Par

Mlle. MEKHISSI Nafissa

Mlle. BOUDELLAL Ahlem Rania

Soutenue le : /06 /2024

Devant le jury composé de :

Dr. FATIMA BELKHADEM MCB UAT.B.B (Ain Temouchent)

Présidente

Pr. CHERIFA BACHIR Pr UAT.B.B (Ain Temouchent)

Examinatrice

Dr. NADJAT CHOUAT MCA UAT.B.B (Ain Temouchent)

Encadrante

Année Universitaire 2023/2024

Remerciements

Tout d'abord nous remercions le bon dieu de nous avoir accordé la santé, le courage et Surtout la volonté pour réaliser ce modeste travail

Nous tenons à exprimer notre profonde reconnaissance à madame **Dr. CHOUAT NADJAT**, pour avoir accepté de diriger avec beaucoup d'attention et de soin notre travail, nous lui très reconnaissants pour son soutien, son aide et sa gentillesse. Nous espérons qu'elle trouve ici l'expression de nos profondes gratitudee.

Nos plus vifs remerciements aux membres de jury

Dr. FATIMA BELKHADEM qui a accepté de présider ce jury,

Pr. BACHIR CHERIFA d'avoir bien voulu examiner ce travail.

Nous profitons l'occasion pour remercier du fond du cœur toute personne qui a contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Nous remercions aussi tous nos enseignants qui nous ont suivis le long de nos études

Merci à tous.

Dédicaces

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à ceux qui, quels que soient les termes embrassés, Je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour sincère.

*A mon très cher **père** ...Je ne trouverai des mots assez forts pour t'exprimer mon affection, mon estime et mon dévouement pour ta patience, ta compréhension, tes innombrables encouragements et tous les sacrifices que tu as consentis pour moi.*

A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse : ma maman adorable.

A mon grand frère, je le remercie énormément pour ses conseils et son aide tout au long de ce projet, que dieu lui offre la chance et le bonheur.

A mon cher petit frère qui sait toujours comment procurer la joie et le bonheur pour toute la famille.

*A toute la famille **MEKHISSI**... A toute la famille **CHENAFI**...*

A ma chère amie

A tous mes professeurs de l'université, et à toutes les personnes qui m'ont aidées de loin Ou de prêt et que j'ai omis de citer.

MEKHISSI Nafissa

Dédicaces

En ouverture de ce mémoire, je souhaite exprimer ma reconnaissance et ma gratitude envers ceux qui ont joué un rôle essentiel dans ce voyage académique et émotionnel.

A mes chers parents,

Votre amour inconditionnel, votre soutien indéfectible et vos encouragements constants ont été les piliers sur lesquels j'ai construit ce mémoire. Votre présence et votre bienveillance ont illuminé chaque étape de ce parcours, faisant de chaque défi une opportunité de croissance. Merci pour votre amour infini et votre inspiration perpétuelle.

Avec tout mon amour

Mes merveilleuses sœurs,

Vous êtes les compagnons de mon voyage, les témoins de mes joies et de mes peines, les gardiens de mes souvenirs les plus précieux. Chaque instant partagé avec vous a enrichi ma vie et coloré mes expériences. Merci pour votre soutien inconditionnel, votre amour sans faille et votre présence réconfortante. Cette réalisation est aussi la vôtre.

A ma chère amie,

Votre amitié est un trésor précieux qui a illuminé les moments sombres et enrichi les instants de bonheur. Votre soutien, votre rire partagé et tes épaules sur lequel me reposer ont été des cadeaux inestimables tout au long de ce parcours. Merci d'avoir été mon confident, ma complice et mon inspiration.

BOUDELLAL Ahlem Rania

Résumé

Ce travail porte sur la modification, le traitement et la caractérisation d'une argile en vue d'améliorer ses propriétés et d'élargir ses applications potentielles. Les argiles, en tant que matériaux naturels abondants, possèdent des propriétés intrinsèques qui peuvent être optimisées par divers traitements pour répondre à des besoins spécifiques dans divers domaines.

La première étape de cette étude a consisté à soumettre l'argile à des traitements chimiques et physiques visant à modifier ses propriétés structurales et de surface. Les traitements appliqués incluent l'activation acide, l'intercalation avec divers agents chimiques, et des traitements thermiques spécifiques.

Pour évaluer l'efficacité de ces modifications, une série de techniques de caractérisation a été mise en œuvre. La diffraction des rayons X (DRX) pour analyser les changements dans la structure cristalline de l'argile. La spectroscopie de photoélectrons par rayons x pour donner la composition minéralogique. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) pour identifier les groupes fonctionnels présents et de suivre les modifications chimiques. De plus, la spectroscopie UV-Visible a été employée pour étudier la présence des oxydes de métaux dans l'argile.

Les résultats obtenus montrent que les traitements appliqués ont considérablement modifié les propriétés physico-chimiques de l'argile, en améliorant notamment sa surface spécifique, et sa réactivité chimique. Ces modifications ouvrent la voie à de nouvelles applications industrielles et environnementales pour les argiles modifiées.

En conclusion, cette étude démontre l'importance des traitements et des techniques de caractérisation dans le développement de matériaux argileux avancés, adaptés aux exigences des applications modernes.

Summary

In order to enhance clay's qualities and increase the range of possible uses, this effort focuses on its modification, treatment, and characterization. As widely available natural resources, clays have inherent qualities that can be enhanced by different processes to suit particular requirements in a range of industries.

This study began with the clay being treated chemically and physically in order to change its surface and structural characteristics. Acid activation, intercalation with different chemical agents, and particular heat treatments are used among the treatments.

A number of characterization approaches were used to assess the efficacy of these adjustments. X-ray diffraction (XRD) for examining alterations in clay's crystal structure. To determine the mineralogical composition, X-ray photoelectron spectroscopy is used. Use of Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) to monitor chemical changes and detect the presence of functional groups.

In addition, clay's metal oxide content was investigated using UV-visible spectroscopy.

The outcomes demonstrate how the treatments significantly altered the clay's physicochemical characteristics, particularly increasing its specific surface area and chemical reactivity.

With these changes, modified clays can now be used in new industrial and environmental applications.

As a result, this work highlights the significance of characterization methods and treatments in the creation of sophisticated clay materials that meet the demands of contemporary applications.

SOMMAIRE :

Remerciements

Dédicaces

Résumé

Summary

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I: GENERALITES SUR LES ARGILES	3
I.1. DEFINITION	3
I.2. STRUCTURE DES ARGILES	3
I.3. DIFFÉRENTS TYPES D'ARGILES	4
I.3.1. FAMILLE DE LA KAOLINITE (T-O OU 1:1)	4
I.3.2. FAMILLE DE L'ILLITE (T-O-T OU 2:1) (ARGILES MICACÉES, OU HYDRO MICAS)	5
I.3.3. FAMILLE DE LA MONTMORILLONITE (T-O-T OU 2:1).....	6
I.3.4. FAMILLE DES CHLORITES (T-O-T-O OU 2:1:1).....	6
I.4. PROPRIETES DES ARGILES	7
I.4.1. HYDRATATION ET GONFLEMENT.....	7
I.4.2. CAPACITÉ D'ÉCHANGE CATIONIQUE	7
I.4.3. SURFACE SPECIFIQUE	8
I.4.4. DENSITÉ DE CHARGE SPÉCIFIQUE.....	8
I.5. APPLICATIONS DES ARGILES	9
I.5.1. CONSTRUCTION.....	9
I.5.2. INDUSTRIE PÉTROLIÈRE.....	9
I.5.3. TRAITEMENT DE L'EAU.....	9
I.5.4. INDUSTRIE PAPETIÈRE.....	9
I.5.5. INDUSTRIE COSMÉTIQUE.....	9
I.5.6. INDUSTRIE PHARMACEUTIQUE.....	10
CHAPITRE II: PARTIE EXPERIMENTALE	11
II.1. REACTIFS ET PRODUITS UTILISES	11
II.2. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	11
II.2.1. PURIFICATION DE L'ARGILE	11
II.2.2. ACTIVATION DE L'ARGILE	12
II.2.3. IMPREGNATION DU CUIVRE ET DU ZINC.....	12
II.2.4. TRAITEMENT THERMIQUE DE L'ARGILE.....	12

II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS	13
II.3.1 SPECTROSCOPIE DE PHOTOELECTRON PAR RAYONS X.....	13
II.3.1.1 Définition et principe	13
II.3.2 DIFFRACTION DE RAYONS X (DRX)	14
II.3.2.1 Définition et principe	14
II.3.3. SPECTROSCOPIE INFRAROUGE	15
II.3.3.1. Définition et principe	15
II.3.4. SPECTROPHOTOMÉTRIE UV-VISIBLE	16
II.3.4.1. Définition et principe	16
CHAPITRE III: RESULTATS ET DISCUSSION.....	17
III.1. COMPOSITION CHIMIQUE.....	17
III.2. SPECTROSCOPIE DE PHOTOELECTRONS PAR RAYONS X	17
III.3. DIFFRACCTION DE RAYONS X (DRX)	19
III.4. SPECTROSCOPIE IRTF	20
III.5. SPECTROSCOPIE UV-Vis DU SOLIDE	21
CONCLUSION GENERALE	24

LISTE DES FIGURES :

Figure I.1: Schéma de la structure générale d'une argile	3
Figure I.2: Représentation de la couche tétraédrique	4
Figure I.3: Représentation de la couche octaédrique	4
Figure I.4: Structure de la kaolinite	5
Figure I.5: Structure de l'Illite	5
Figure I.6: Vue isométrique de la structure de la Montmorillonite	6
Figure I.7: Structure de la Chlorite	6
Figure II.1: Schéma représentant le principe de spectroscopie de photoélectron par rayon X ...	12
Figure II.2: Schéma représentant le principe de la DRX	14
Figure II.3: Schéma représentant le principe du spectromètre infrarouge	15
Figure II.4: Schéma représentant le principe de l'UV	16
Figure III.1: Analyse XPS de l'argile naturelle.....	18
Figure III.2: Diffractogrammes de rayons X de l'argile naturelle et celui de l'argile purifiée.	19
Figure III.3: Spectres infrarouges de l'argile naturelle, l'argile purifiée et les argiles échangées.	20
Figure III.4: Spectres UV-vis de (a) l'argile naturelle et l'argile purifiée (b) les argiles échangées au cuivre 0,1 M et 0,5 M (c) les argiles échangées au zinc 0,1 M et 0,5 M.	22

LISTE DES TABLEAUX:

Tableau II.1: Réactifs et produits utilisés.	11
Tableau III.1: Composition chimique sommaire de l'argile	17

INTRODUCTION GENERALE

Les argiles, en raison de leurs propriétés uniques et polyvalentes, occupent une place importante dans divers domaines tels que la céramique, la construction, l'industrie chimique, l'industrie pharmaceutique, et l'environnement. La modification des argiles permet d'améliorer leurs propriétés intrinsèques et d'élargir leurs applications potentielles. Ce travail se concentre sur le traitement et la modification d'une argile algérienne en vue d'optimiser ses caractéristiques pour des usages ciblés.

Dans cette étude, une série de techniques de caractérisation a été mise en œuvre pour analyser les propriétés initiales de l'argile, évaluer les modifications apportées et comprendre les mécanismes sous-jacents à ces transformations. Les méthodes employées comprennent, entre autres, la diffraction de rayons X (DRX) pour déterminer la structure cristalline, la spectroscopie de photoélectrons par rayons x pour confirmer la composition minéralogique de notre argile, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) pour identifier les groupes fonctionnels présents, et la spectroscopie UV-vis du solide pour confirmer la formation de l'oxyde de cuivre et l'oxyde de zinc à l'intérieur de l'argile.

L'objectif principal de ce travail est de fournir une compréhension approfondie des effets des traitements appliqués sur les propriétés physico-chimiques de l'argile, tout en mettant en évidence les améliorations potentielles pour des applications spécifiques. Par cette approche, nous espérons contribuer au développement de matériaux argileux plus performants et adaptés aux besoins industriels et environnementaux actuels.

Le présent manuscrit s'articule autour de trois chapitres :

- Une étude bibliographique décrivant les argiles, leurs structures, et leurs applications dans divers domaines ;
- Un deuxième chapitre décrit les différents protocoles expérimentaux de traitement et de modification de l'argile, les techniques de caractérisation utilisées lors de ce travail ;

Les caractérisations des échantillons obtenus sont regroupées dans le troisième chapitre. Nous finissons notre travail par l'étude expérimentale et les résultats obtenus par les différents matériaux argileux.

CHAPITRE I :
Généralités Sur Les
Argiles

I. GENERALITES SUR LES ARGILES

I.1. DEFINITION

L'argile est une roche sédimentaire composée principalement de minéraux, tels que les silicates d'alumine et/ou de magnésie plus ou moins hydratés, cristallisée en très petites particules minérales. Les argiles sont des aluminosilicates hydratés appartenant à la famille des phyllosilicates.

Elle se présente sous forme de particules minérales de dimensions très fines, inférieures à 2 micromètres, ce qui lui confère une grande surface spécifique et des propriétés physico-chimiques particulières. Cette structure en couches planes lui permet de retenir l'eau et les ions.

Les argiles sont divisées en deux classes :

- Argile résiduelle : elles se trouvent sur le lieu d'origine et sont formées par l'altération de surface ;
- Argile transportée : également connue sous le nom d'argile sédimentaire, retirée du lieu d'origine par l'érosion et déposée dans une position nouvelle et peut-être éloignée [1].

I.2. STRUCTURE DES ARGILES

Les argiles se caractérisent principalement par une structure en feuillets, ces feuillets sont composés de couches tétraédriques et octaédriques, séparés par des espaces interfoliaires. Ces derniers peuvent être vides ou occupés par divers cations. L'ensemble feuillet-espace interfoliaire est appelé "unité structurale" [1]. (Figure I.1)

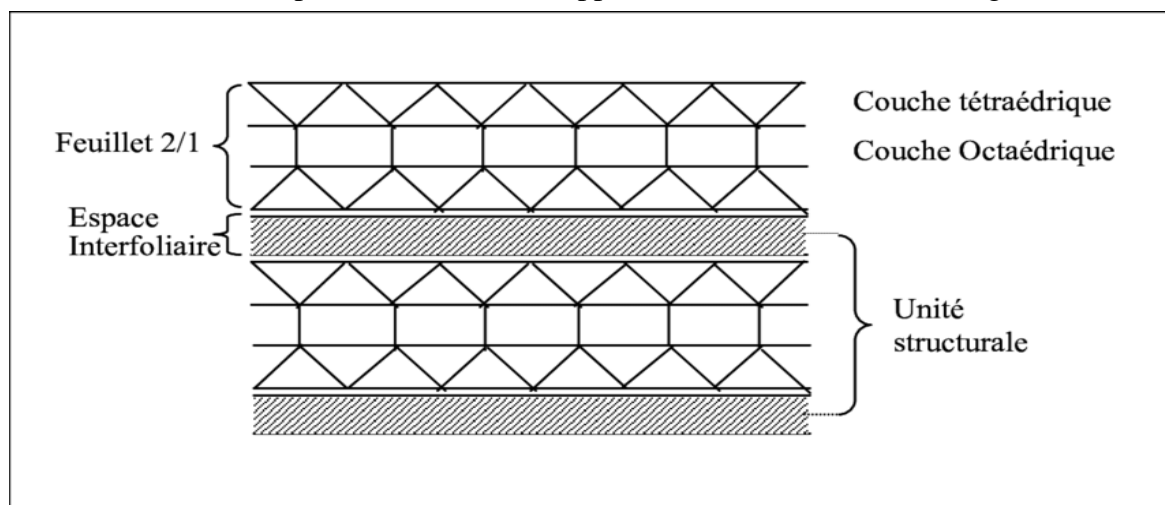


Figure I.1: Schéma de la structure générale d'une argile [2].

Le plan de tétraèdres, noté **Te** est composé de tétraèdres formés d'un atome central **A** (en principe du silicium), entouré de quatre atomes d'oxygène. Chaque tétraèdre est connecté à d'autres tétraèdres adjacents en partageant trois angles. Six tétraèdres sont reliés pour former une cavité hexagonale. Le cation tétraédrique généralement Si^{4+} , peut être substitué par Al^{3+} ou Fe^{3+} . L'épaisseur de la couche tétraédrique est de 4,6 Å (Figure I.2) [3].

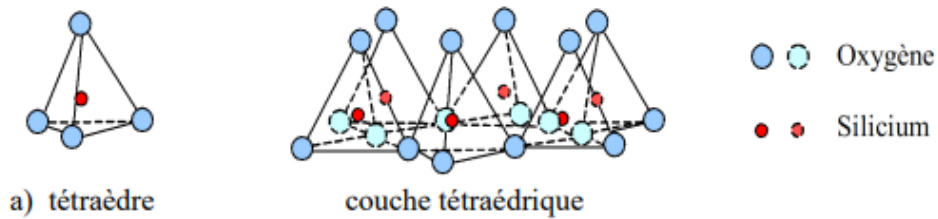


Figure I.2: Représentation de la couche tétraédrique [4].

Le plan d'octaèdres, noté **Oc**, est formé d'un atome central **A** (généralement de l'aluminium), entouré d'atomes d'oxygène et de groupes hydroxyles. Chaque octaèdre est connecté aux autres octaèdres adjacents en partageant uniquement les arêtes entre eux. Les cations octaédriques sont généralement Al^{3+} , Mg^{2+} ou Fe^{3+} . L'épaisseur de cette couche octaédrique est de 5,05 Å (Figure I.3) [3].

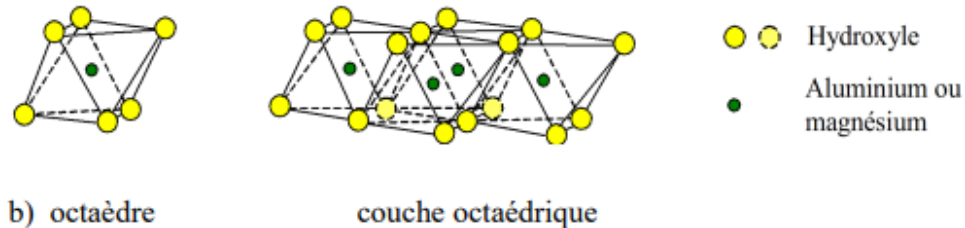


Figure I.3: Représentation de la couche octaédrique [4].

I.3. DIFFÉRENTS TYPES D'ARGILES

I.3.1. FAMILLE DE LA KAOLINITE (T-O OU 1:1)

Il existe une couche d'octaèdres et une couche de tétraèdres d'épaisseurs variables. La tranche de base est de 7 Å. Ces couches basiques adhèrent fortement les unes aux autres à travers leurs plans basaux, avec des liaisons hydrogène entre les groupes

hydroxyle au bas de la couche et l'oxygène au sommet de la couche sous-jacente (Figure I.4) [5].

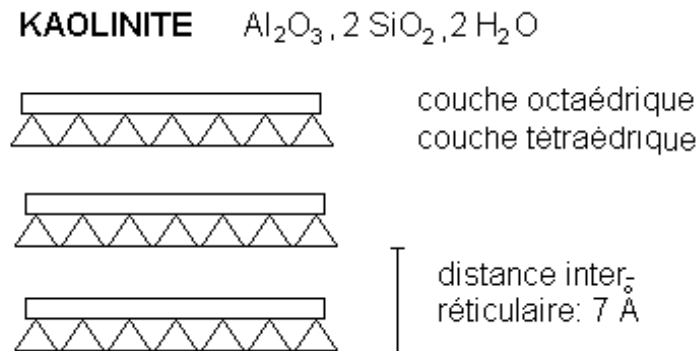


Figure I.4: Structure de la kaolinite [6].

I.3.2. FAMILLE DE L'ILLITE (T-O-T OU 2:1) (ARGILES MICACÉES, OU HYDRO MICAS)

Elle est composée de couches octaédriques alignées entre deux couches tétraédriques. Chaque couche tétraédrique forme un réseau bidimensionnel de six anneaux pseudo-hexagonaux de tétraèdres, chacun ayant trois sommets en commun avec les tétraèdres adjacents. Ces atomes d'oxygène communs sont appelés « oxygènes de pontage ». La tranche de base est de $d = 10\text{Å}$ (Figure I.5) [5].

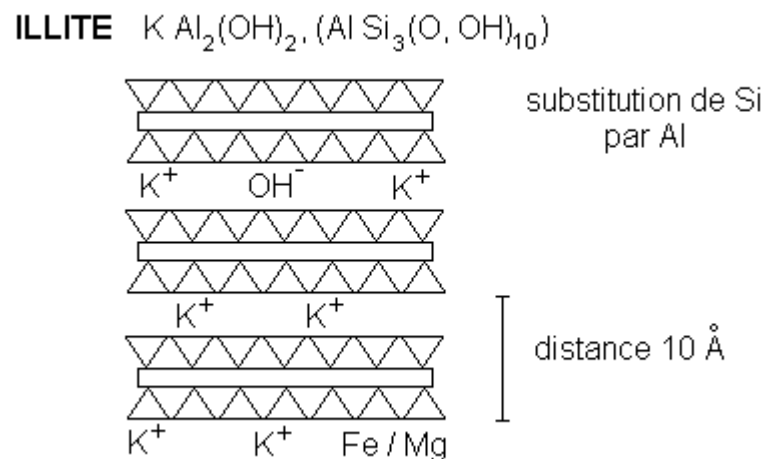


Figure I.5: Structure de l'illite [6].

I.3.3. FAMILLE DE LA MONTMORILLONITE (T-O-T OU 2:1)

Elle est formée par une couche d'octaèdres encadrée par deux couches tétraédriques, les feuillets, avec une épaisseur de 10 Å, sont très faiblement liés les uns aux autres ; aussi des couches d'eau peuvent se fixer entre les feuillets, l'épaisseur de ces couches pouvant atteindre 9 Å. Ce matériau est donc gonflant. La montmorillonite peut exister sous la forme de cristaux isolés d'épaisseur de 10 Å. Pour la vermiculite, l'absorption d'eau est limitée à 2 couches de molécules d'eau (Figure I.6) [5].

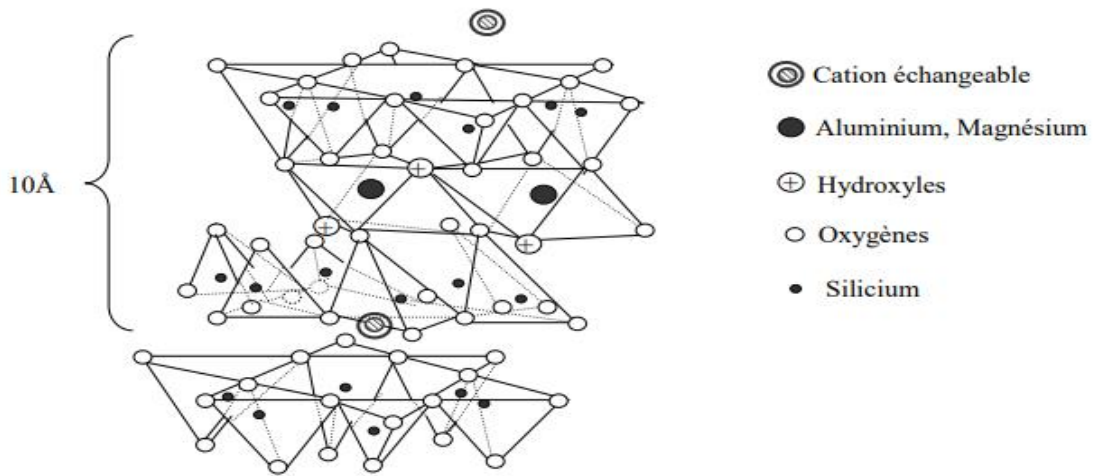


Figure I.6: Vue isométrique de la structure de la Montmorillonite [4].

I.3.4. FAMILLE DES CHLORITES (T-O-T-O OU 2:1:1)

Avec une couche octaédrique composée de deux couches tétraédriques et une couche intermédiaire constituée de couches octaédriques, les feuilles de 14Å d'épaisseur sont étroitement reliées entre elles pour former un véritable chlorite. Les pseudo-chlorites peuvent présenter un gonflement important (Figure I.7) [5].

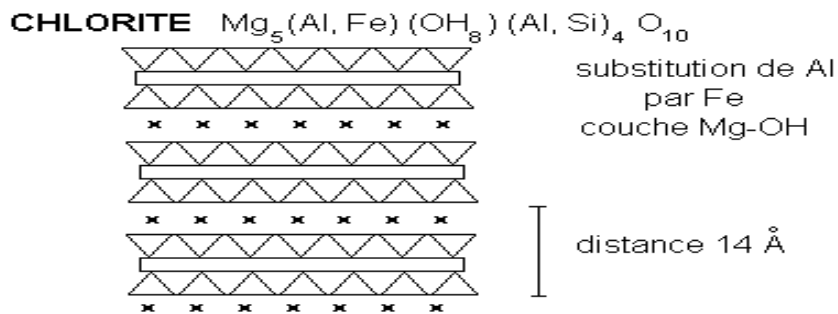


Figure I.7: Structure de la Chlorite [6].

I.4. PROPRIETES DES ARGILES

Les minéraux argileux se caractérisent par plusieurs propriétés physico-chimiques. La plupart des propriétés de l'argile résultent des charges positives de surface. Cette propriété peut être utilisée dans le raffinage du pétrole, du sucre et même des huiles, ainsi que dans certaines méthodes analytiques comme la HPLC (*High Performance Liquid Chromatography*). L'argile ayant la meilleure capacité d'adsorption est la montmorillonite, un type d'argile utilisé en guérison (exemple: Smecta). Par conséquent, l'argile peut absorber les toxines, les virus, les bactéries, les antibiotiques, les acides organiques, les gaz intestinaux, les alcaloïdes, etc. Leur efficacité contre certaines espèces bactériennes a été démontrée.

I.4.1. HYDRATATION ET GONFLEMENT

Le phénomène d'hydratation entraîne une augmentation du gonflement. L'espace interfoliaire compense la couche d'eau solvatée de cations. Le degré de gonflement dépend de la nature de l'argile, des ions fixés sur l'argile. Les molécules d'eau contiennent trois possibilités de liaisons de retrait à l'intérieur. Quand il s'agit :

- D'un dipôle, permettant d'établir des connexions à caractère électrostatique;
- Deux hydrogènes, assurent la formation de liaisons hydrogène;
- Son atome d'oxygène possède deux paires d'électrons libres, ce qui permet de former des liaisons de coordination [7].

I.4.2. CAPACITÉ D'ÉCHANGE CATIONIQUE

Les couches octaédriques sont remplacées de manière isomorphe par des cations. La valence est inférieure à celle du cation Al^{3+} , créant un déficit de charge positive et donnant. Laissant une charge globale négative. La neutralisation de cette charge est assurée par des cations échangeables (compensateurs), situés dans l'espace interfoliaire, ce qui implique généralement cation Na^+ , K^+ , Ca^{2+} et Ba^{2+} . Si maintenant la substitution isomorphe de Si^{4+} par Al^{3+} se produit dans Une couche tétraédrique, les charges négatives en excès sont plus proches de l'oxygène de la surface, permettant cette fois de former des complexes très forts avec des cations où molécule d'eau. Cet échange est quantifié par une grandeur appelée capacité

d'échange cationique (CCE), Elle est exprimée en milliéquivalents pour 100 grammes d'argile [8].

I.4.3. SURFACE SPECIFIQUE

La surface spécifique est une caractéristique importante caractérisant les matériaux poreux. Représente toutes les surfaces accessibles aux particules ioniques, exprimées en m^2/g . On peut distinguer [9] :

- Les surfaces qui forment le plan extérieur de la base de la particule, ce sont les surfaces extérieures ;
- Surface cumulée de tous les plans de couches, limitant l'espace interfoliaire, appelée la surface intérieure ;
- Côtés de la surface qui marquent latéralement les limites des feuillets, ce sont les surfaces latérales.

La mesure de la surface spécifique repose sur la formation d'une monocouche de la substance adsorbée, comprendre les dimensions des molécules et leurs possibilités d'arrangement, ensuite en déterminant la quantité fixe, on peut évaluer la surface comme support ; les corps adsorbables pouvant donner des résultats satisfaisants sont: les gaz inertes (N_2), hydrocarbures aliphatiques ou polyols simples tels que l'éthylène glycol ou le glycérol). L'augmentation de la surface spécifique confère une plus grande force de gonflement, donc d'où un potentiel d'expansion plus élevé [10].

I.4.4. DENSITÉ DE CHARGE SPÉCIFIQUE

La densité de charge spécifique correspond au quotient entre la capacité d'échange cationique et la surface spécifique de la particule d'argile. Un accroissement de cette densité de charge spécifique entraîne une réduction du gonflement ou de la pression de gonflement des argiles. Cette hausse favorise l'attraction ionique, ce qui entraîne une condensation de la double couche électrique et, par conséquent, une réduction de son épaisseur [11].

I.5. APPLICATIONS DES ARGILES

L'argile s'est avérée être un matériau très important par sa richesse, sa diversité et ses multiples propriétés. Il est utile dans une variété d'applications. De nos jours, l'utilisation de l'argile, notamment celle Riche en SiO_2 et Al_2O_3 , connaît un nouvel essor dans les domaines de la construction et de la céramique industrielle et artisanal, industrie pharmaceutique, poterie... [12].

I.5.1. CONSTRUCTION

L'argile est utilisée pour produire des briques, des tuiles, du ciment, des carreaux de céramique, Verre... Dans les maisons, ils sont utilisés pour fabriquer des poêles comme poêles "diambar" [13].

Également utilisé pour fabriquer des canaris, de la vaisselle, des contenants pierres de construction pour protéger l'eau.

I.5.2. INDUSTRIE PÉTROLIÈRE

L'argile est utilisée pour le forage et le raffinage du pétrole en essence. Des couches d'argile ont également été trouvées sur le site de stockage des déchets Radioactif [14].

I.5.3. TRAITEMENT DE L'EAU

L'argile peut absorber des toxines : virus, Bactéries, antibiotiques, acides organiques, gaz intestinaux, alcaloïdes, etc. L'argile est composée de La fonctionnalité des capteurs minéraux, est une ressource pour le contrôle de la pollution de l'eau [15].

I.5.4. INDUSTRIE PAPETIÈRE

Les argiles sont utilisées comme charges pour améliorer la résistance et l'opacité du papier [16].

I.5.5. INDUSTRIE COSMÉTIQUE

L'argile est utilisée pour la beauté comme fond de teint (maquillage) pour leurs propriétés adsorbantes et purifiantes [17].

I.5.6. INDUSTRIE PHARMACEUTIQUE

La kaolinite a été utilisée dans de nombreuses applications pharmaceutiques comme excipient ou ingrédient actif, car elle présente d'excellentes propriétés physiques, chimiques et physico-chimiques de surface [18].

Références bibliographiques

- [1] N. Kumari, C. Mohan, Basics of clay minerals and their characteristic properties. Clay Clay Miner, 24 (2021) 1-29.
- [2] S. Khemakhem, Elaboration de membranes de microfiltration et d'ultrafiltration en céramique à base d'argile tunisienne (Doctoral dissertation, PhD thesis, Université de Sfax, Tunisia) (2005) 29.
- [3] M.B. Sabrina, Etude de l'élimination d'un pesticide en solution aqueuse par une argile organophile (2018) 5-6.
- [4] M. Harrat, Contribution à l'amélioration du procédé de fabrication de la céramique Etude sur site unité Maghreb céramique de Touggourt (Doctoral dissertation, Université de Ouargla-Kasdi Merbah) (2007) 10-11.
- [5] N. Charles, S. Colin, T. Gutierrez, G. Lefebvre, Mémento Kaolin et argiles kaoliniques. Rapport final. Rapport BRGM/RP-67334-FR (2018) 93.
- [6] R. Morel, Les sols cultivés. Lavoisier, Paris. Et M.E. Tucker, Sedimentary petrology. An introduction. Blackwell. [Les argiles \(u-picardie.fr\)](http://u-picardie.fr) (2005).
- [7] F.Z. Choumane, Elimination des métaux lourds et pesticides en solution aqueuse par des matrices argileuses (Doctoral dissertation, Université de Tlemcen-Abou Bekr Belkaid) (2015).
- [8] F. Mohellebi, F. Kies, R. Tezkratt, Les argiles : classification et applications dans le traitement des eaux chargées en composés phénoliques, Ecole Nationale Polytechnique, Département Génie Chimique (2014) 24-25.
- [9] W. Jad, Influence des solutions aqueuses sur le comportement mécanique des roches argileuses, Thèse de doctorat de l'Université de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris (2005).
- [10] R.D. Holtz, W.D. Kovacs, Introduction à la géotechnique. Edition de l'école polytechnique de Montréal (1991).
- [11] A. Amna, Étude des propriétés physico-chimiques de nouveaux supports argileux modifiés par des liquides ioniques dans la perspective d'applications au traitement de déchets toxiques. Diss. Amiens (2019) 13.
- [12] A. Bouzidi, Génie des procédés Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson Soutenue à Bejaia, Thèse de doctorat entre l'Université de Bejaia, Algérie et l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne Spécialité (2012).
- [13] K. Naziha, Contribution à la synthèse d'une membrane à base d'argile pour le traitement des effluents liquides, mémoire de master de l'Université de Abou Bekr Belkaid-Tlemcen (2017).
- [14] E. Kamal, B. Doha, E.B. Ali, A. Tahani, L'argile d'hier à demain, la recherche scientifique au service de la valorisation des ressources régionales, argiles de type bentonite (2019).

[15] B. Yassine, Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines, Application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse (2016) 16-17.

[16] S. Kherfi, Caractérisation physico-chimique des Géomatériaux, Mémoire de master de l'Université de Mentouri-Constantine (2012).

[17] G. Hicham, Le thiabendazole et ses dérivés, synthèse, réactivité, propriétés physicochimiques, antibactériennes et leurs utilisations dans la préparation de composites et de biocomposites à base d'argile, thèse de doctorat de l'Université de Mohammed V – Raba (2017) 17.

[18] M.E. Awad, A. López-Galindo, M. Setti, M.M. El-Rahmany, C.V. Iborra, Kaolinite in pharmaceuticals and biomedicine. *International Journal of Pharmaceutics*, 533(1) (2017) 34-48.

CHAPITRE II :

Partie Expérimentale

II. PARTIE EXPERIMENTALE

Dans le second chapitre de notre travail, nous allons présenter, dans un premier lieu, les différents réactifs utilisés dans le traitement de nos matériaux. Les protocoles expérimentaux tels que l'échange cationique. Dans la dernière partie, nous décrivons les techniques de caractérisations effectuées au cours de notre travail.

II.1. REACTIFS ET PRODUITS UTILISES

Le Tableau II.1 regroupe tous les réactifs utilisés ainsi les produits nécessaires au cours de ce travail.

Tableau II.1: Réactifs et produits utilisés.

Source	Réactif/Produits	Pureté	Fournisseur
Matériau	Argile	naturelle	Gisement d'Adrar
Cations échangeables	CuSO ₄	100 %	SIGMA-ALDRICH
	ZnN ₂ O ₆ .6H ₂ O	98%	SIGMA-ALDRICH
Ajusteur de pH	NaCl	100%	SIGMA-ALDRICH

II.2. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

II.2.1. PURIFICATION DE L'ARGILE

L'argile que nous avons utilisée dans ce travail, est un matériau de couleur rouge, prélevée d'un gisement d'ADRAR. Du point de vue pratique, le procédé de purification consiste à disperser une masse donnée de 45g d'argile non pure dans 3 litres d'eau désionisée. On maintient le mélange obtenu (argile – eau distillé) sous l'agitation à l'aide d'un barreau magnétique pendant 3 heures à la température ambiante. A ce stade, les particules ne flocculent plus mais sont en forme de suspension. La suspension est laissée au repos pendant 6 h pour que la sédimentation puisse avoir lieu. Après la période de repos, 15cm de la suspension au-dessus du sédiment sont soigneusement siphonnés. Cette opération est répétée 2 fois de plus.

II.2.2. ACTIVATION DE L'ARGILE

L'argile est activée par une solution d'acide sulfurique, dont la concentration est de 2 mol/L à la température 25°C, dans les proportions 10 g d'argile pour 100 ml de solution, pendant 3 heures. Le mélange argile/acide est ensuite séparé par centrifugation. La phase solide est lavée plusieurs fois à l'eau désionisée pour éliminer l'excès d'acide sulfurique imprégnant sa surface externe jusqu'à l'obtention d'un pH environs de 7. Après cette étape l'argile a été échangée trois (03) fois par une solution de NaCl à 2 mol/L pour échanger les cations Ca^{2+} et Mg^{2+} résiduelle dans l'espace interfoliaire de l'argile. Le matériau préparé est ensuite séché à l'étuve à 150 °C pendant 48 heures, broyée puis conservée à l'abri de l'humidité jusqu' au moment de l'utilisation.

II.2.3. IMPREGNATION DU CUIVRE ET DU ZINC

Pour la préparation des matériaux, Argile-Cu et Argile-Zn, l'échange cationique a été réalisé par la mise en contact de notre Argile activée avec des solutions de CuSO_4 ou de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$. L'opération d'échange ionique des cations de compensation par les cations Cu^{2+} et Zn^{2+} a été réalisée par une méthode classique. Typiquement, 50 ml de CuSO_4 ou de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ à une concentration donnée (0,2 M ou 0,4 M) ont été ajoutés à 0,5 g d'argile. La solution a été chauffée à 50 °C et agitée à une faible vitesse de rotation pendant une nuit sous reflux. Le lendemain, la solution a été filtrée et lavée avec de l'eau dés-ionisée. La suspension résultante a été séchée à 150 °C pendant une nuit.

II.2.4. TRAITEMENT THERMIQUE DE L'ARGILE

Pour passer d'une coordination ionique vers l'état oxyde, des cations échangés, un traitement thermique a été réalisé. Ce traitement a été effectué par un calcinateur type NABERTHERM. La calcination des produits est réalisée de la manière suivante : l'argile est broyée intimement jusqu'à l'obtention d'une poudre. Cette poudre, est placée dans un creuset en porcelaine. Le creuset, est placé dans un four à calciner programmé comme suit : une première montée en température jusqu'à 200°C pendant 1 heure (perte des eaux du réseau et des petites molécules), puis un palier pendant 2 heures, suivi d'une montée progressive jusqu'à 430 °C pendant 2 heures. Un nouveau

palier à 430°C est obtenu pour une durée de 2 heures. Enfin, le four redescend à une température ambiante. Le procédé de calcination a été effectué sous air.

II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS

Afin de connaître les propriétés physico-chimiques ainsi minéralogique de nos échantillons, plusieurs techniques spectroscopiques de caractérisation ont été utilisées dans cette partie du travail.

II.3.1 SPECTROSCOPIE DE PHOTOELECTRON PAR RAYONS X

II.3.1.1 Définition et principe

La spectroscopie de photoélectrons à rayons X (XPS) est une technique spectroscopique quantitative exploitant l'effet photoélectrique pour analyser les surfaces. Elle permet d'identifier les éléments constitutifs d'un matériau ou ceux qui le recouvrent, ainsi que leur composition chimique, leur structure électronique et la densité des états électroniques du matériau.

La spectroscopie de photoélectrons par rayons X repose sur le principe de la conservation de l'énergie du photon.

La spectroscopie de photoélectrons induits par rayons X (ou XPS) est une méthode de mesure de la répartition en énergie des électrons émis (Figure II.1) [1].

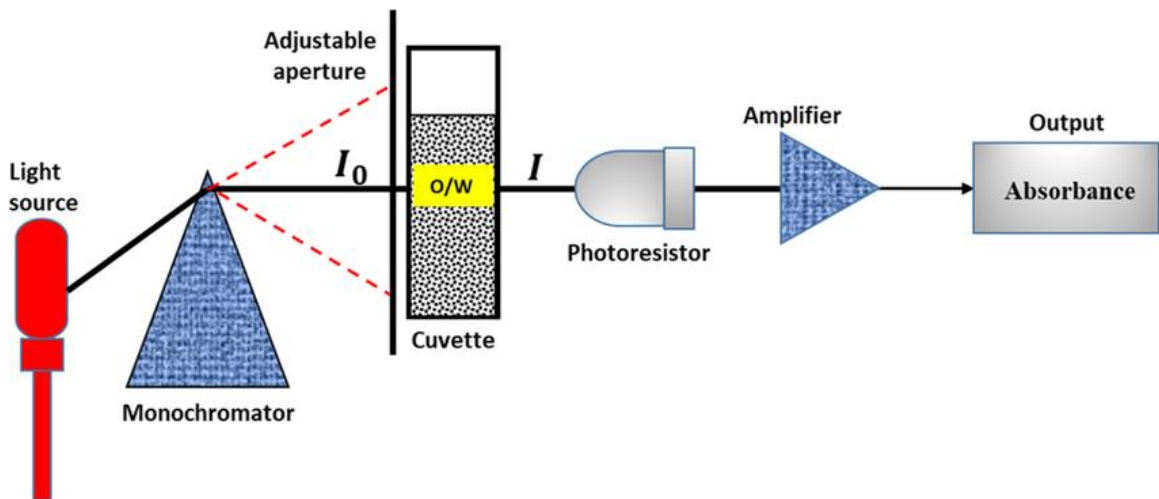


Figure II.1: Schéma représentant le principe de spectroscopie de photoélectron par rayon X [2].

II.3.2 DIFFRACTION DE RAYONS X (DRX)

II.3.2.1 Définition et principe

La diffraction des rayons X est une technique analytique basée sur la diffraction radiologique sur des substances. Il est également connu sous le nom de cristallographie pour les rayons X et de diffusion pour les matériaux amorphes. Le dispositif utilisé est un diffractomètre, qui recueille des données pour former un diagramme de diffraction ou diffractogramme [3].

Le principe de la DRX consiste à faire diffracter les rayons X sur un échantillon solide plat ou une poudre. La diffraction se fait suivant la loi de Bragg (Figure II.2) [4].

Cette loi est exprimée par l'équation suivante :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$$

Où ;

n : Nombre entier désignant l'ordre de la réflexion;

λ : Longueur d'onde du rayonnement X (nm);

d_{hkl} : Distance entre les plans réticulaires d'une même famille désignée conventionnellement par les indices de Miller h, k, l, (Å);

θ : Angle de diffraction (°).

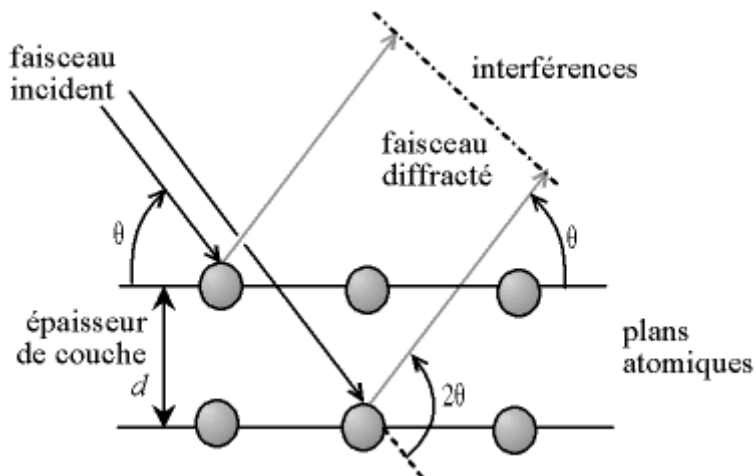


Figure II.2: Schéma représentant le principe de la DRX [5].

II.3.3. SPECTROSCOPIE INFRAROUGE

II.3.3.1. Définition et principe

Un spectroscope est un dispositif qui mesure les longueurs d'onde de la lumière infrarouge absorbée par un atome et fournit des informations chimiques sur les propriétés moléculaires. Il est basé sur l'interaction de la lumière infrarouge avec les électrons des liaisons chimiques. La spectroscopie d'absorption infrarouge implique généralement la lumière polychromatique, provoquant des transitions d'énergie vibratoire (Figure II.3) [6].

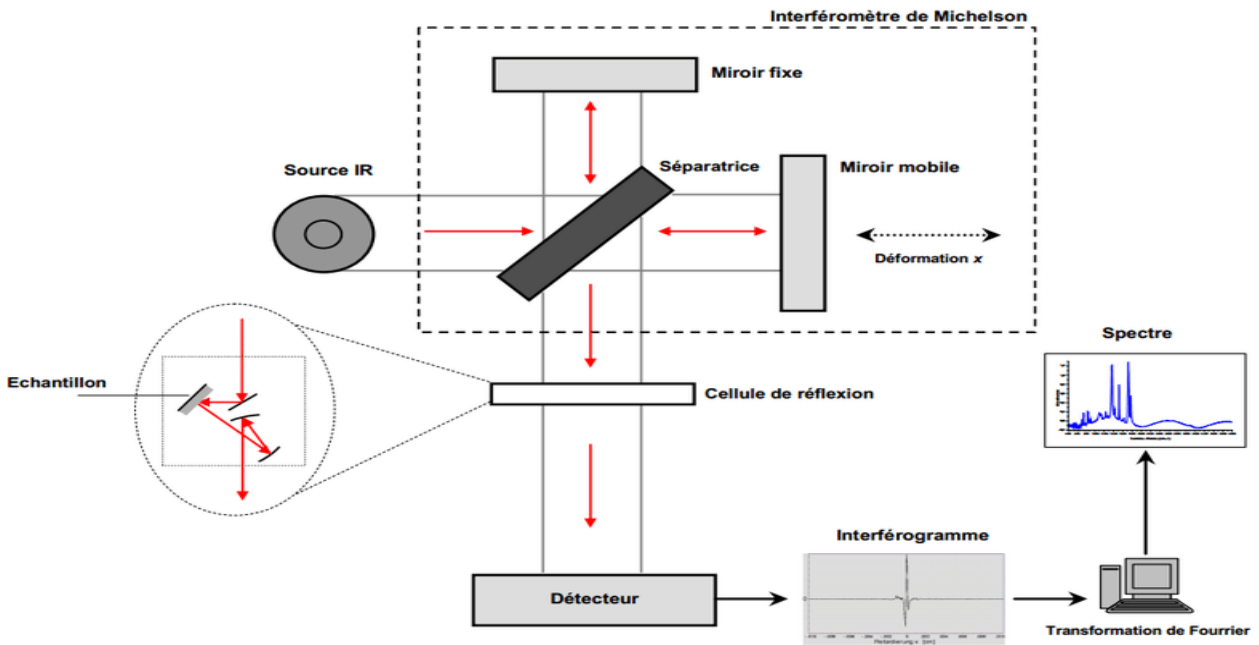


Figure II.3: Schéma représentant le principe du spectromètre infrarouge [7].

II.3.4. SPECTROPHOTOMÉTRIE UV-VISIBLE

II.3.4.1. Définition et principe

La technique de spectrophotométrie UV-visible est une technique analytique qui mesure l'absorption de substances en modifiant l'intensité de la lumière à travers une solution colorée dans le champ de vision. Il permet de déterminer la concentration d'absorbants, ce qui entraîne un spectre d'émission ou d'absorption. L'absorption est déterminée par la longueur d'onde à laquelle la molécule absorbante absorbe le plus de photons (λ_{max}). Le phénomène d'absorption dans les UV-visibles est lié aux changements de l'énergie moléculaire pendant les transitions électroniques [8].

Ce spectre est caractérisé par l'absorption de photons dont les énergies correspondent à des longueurs d'onde comprises entre 190 nm et 800 nm. Il y a une augmentation de l'énergie des électrons de valence. Le phénomène d'absorption observé dans le domaine UV-Visible est lié aux changements de l'énergie moléculaire lors des transitions électroniques (Figure II.4) [9].

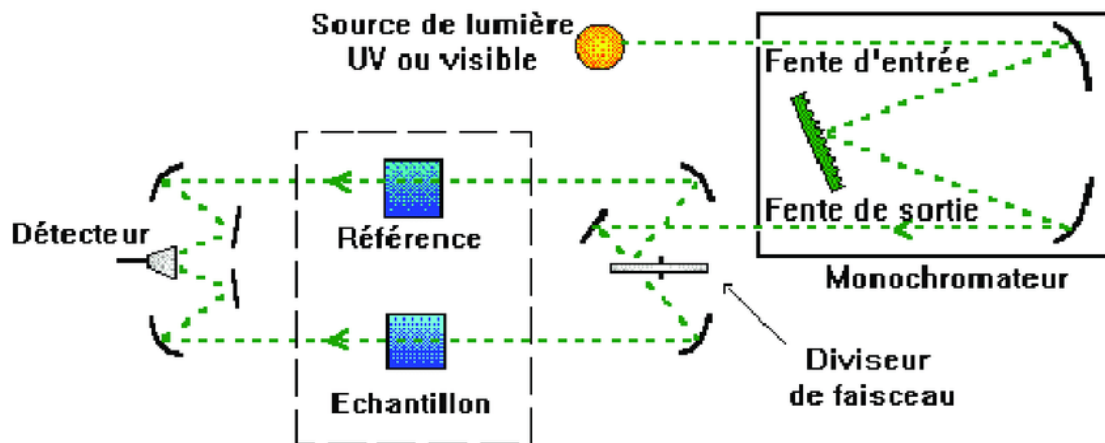


Figure II.4: Schéma représentant le principe de l'UV [10].

Références bibliographiques

- [1] F. Laurent, Nouvelles approches d'utilisation de la spectroscopie de photoélectrons à rayons X (XPS) pour le développement et le contrôle des technologies FDSOI avancées. Diss, Université Grenoble Alpes (ComUE) (2017) 50-51.
- [2] A. Lekan, A-S. Dhafer, Rapid Determination of Emulsion Stability Using Turbidity Measurement Incorporating Artificial Neural Network (ANN): Experimental Validation Using Video/Optical Microscopy and Kinetic Modeling. ACS Omega. XXXX. 10.1021/acsomega.1c00017 (2021).
- [3] P. Caussin, J. Nusinovici, D. Beard, W, Using digitised X-ray powder diffraction scans as input for a new Pc-At search/match program. Advances in X-ray Analysis, 31 (1987) 423-430.
- [4] F. Choumane, Elimination des métaux lourds et pesticides en solution aqueuse par des matrices argileuses (Doctoral dissertation, Université de Tlemcen-Abou Bekr Belkaid) (2015) 52.
- [5] L. Baissac, Compréhension des mécanismes d'élaboration de revêtements de zinc électrolytiques composites (nano et microparticules) pour la protection vis-à-vis de la corrosion de l'acier et les propriétés d'adhésion (2019).
- [6] B. Humbert, J-Y. Mevellec, J. Grausem, M. Dossot, C. Carteret, Spectrométrie d'absorption dans l'infrarouge 1 (2023) 2850. Spectrométrie d'absorption dans l'infrarouge : Dossier complet | Techniques de l'Ingénieur (techniques-ingenieur.fr).
- [7] C. Yahia, Y. Brighen, N. Chabou, L'électrodéposition d'oxyde de zinc en vue d'appliqué en photovoltaïque. Diss. Université de Jijel (2023) 29-30.
- [8] A. Benaissa, Etude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique et d'un tensioactif, Université Mentouri Constantine (2011).
- [9] B. Lamia, étude de l'adsorption des ions phosphate sur Des oxy-hydroxydes cas de l'hydroxyde de fer, Université Mentouri de Constantine (2009).
- [10] D. Walid, L. Anis, Étude de l'impact des variations des paramètres de synthèse des polyoxométallates hybrides (2023) 29-30.

CHAPITRE III :

Résultats et Discussion

III.RESULTATS ET DISCUSSION

La compréhension des matériaux est fortement associée à l'évolution des techniques de caractérisation et c'est le cas des solides cristallisés. La diversité des applications concernant les argiles a engendré de nouvelles voies de recherche pour mettre en forme et caractériser ces types de matériaux.

Afin de caractériser finement les matériaux argileux utilisés au cours de ce travail, de nombreuses techniques de caractérisations ont été utilisées.

III.1. COMPOSITION CHIMIQUE

La composition minéralogique d'une argile peut avoir certaines conséquences sur les propriétés du produit final et sur l'application envisagée. Le Tableau III.1 regroupe les valeurs de composition chimique minéralogique de l'argile étudiée brute [1].

Tableau III.1: Composition chimique sommaire de l'argile [1].

Composition chimique	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Cl	F
% massique	66,09	16,08	8,38	1,95	0,97	0,78	4,93	0,71	0,11

Les propriétés chimiques ont été obtenues selon le laboratoire géotechnique de Béchar. Les insolubles : 93,47 % présentent les composés cristallins, carbonate : 06,86 %, et sulfate : trace. Nous pouvons observer que notre argile présente la partie des oxydes la plus prédominante. Le rapport SiO₂/Al₂O₃ est de 4,11. Ceci s'explique par la forte teneur en silice libre. Cependant, la présence d'une quantité remarquable (4,93%) de K₂O a révélé la présence de l'illite. La teneur en Fe₂O₃ de l'échantillon d'argile naturelle s'est avérée être de 8,38 %, étant la forme dominante de fer.

III.2. SPECTROSCOPIE DE PHOTOELECTRONS PAR RAYONS X

Pour confirmer la composition minéralogique de notre argile, une analyse spectrométrique photoélectronique à rayons X (XPS) a été réalisée. La Figure III.1 présente l'analyse XPS de l'argile brute.

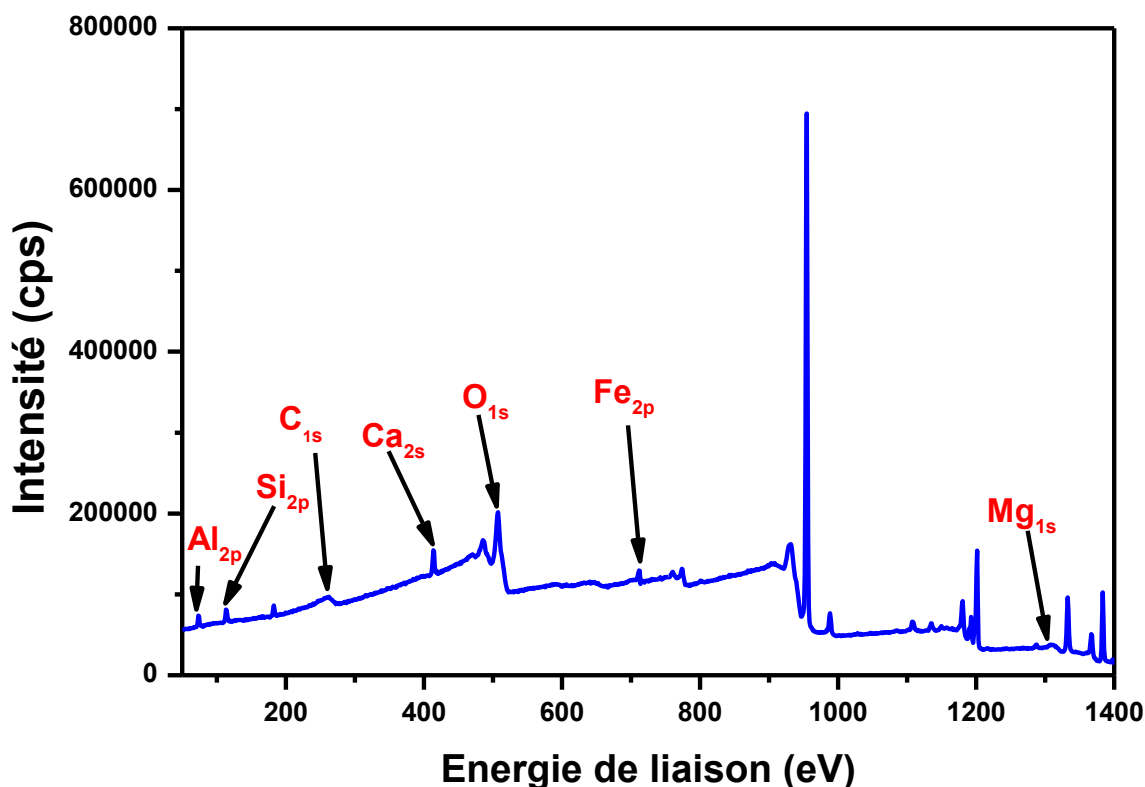


Figure III.1: Analyse XPS de l'argile naturelle.

Le résultat XPS de l'échantillon brute montre que notre matériau est typiquement un minéral argileux. L'existence des éléments : Al, Si, Ca, Mg affirme la nature argileuse du sol [2-5]. La présence de l'élément Fe confirmée par l'analyse XPS demeure la cause de la couleur rouge du sol argileux. La proportion du Fer peut s'expliquer soit par une substitution isomorphique dans les structures minérales argileuses, soit par une faible teneur en oxyde de fer qui sera confirmée par analyse DRX. Il s'agit d'un aspect scientifique important qui rend possible son utilisation dans une application à haute valeur ajoutée telles que la catalyse hétérogène ou l'activité antibactérienne. La présence de carbone à des concentrations relativement faibles est le résultat de l'altération lors de la formation et des interactions surface-atmosphère ou des précurseurs résiduels [6], tandis que celle de l'oxygène est due aux oxydes métalliques associés aux éléments.

III.3. DIFFRACTION DE RAYONS X (DRX)

La diffraction de rayons est une technique d'analyse structurale qui permet d'identifier les phases cristallines et les impuretés associées. Cette analyse permet aussi de déterminer la composition minéralogique des poudres étudiées. La Figure III.2 présente les diffractogrammes de rayons X de l'argile naturelle et l'argile traitée représentés entre les angles $2\theta = 5^\circ$ et 45° .

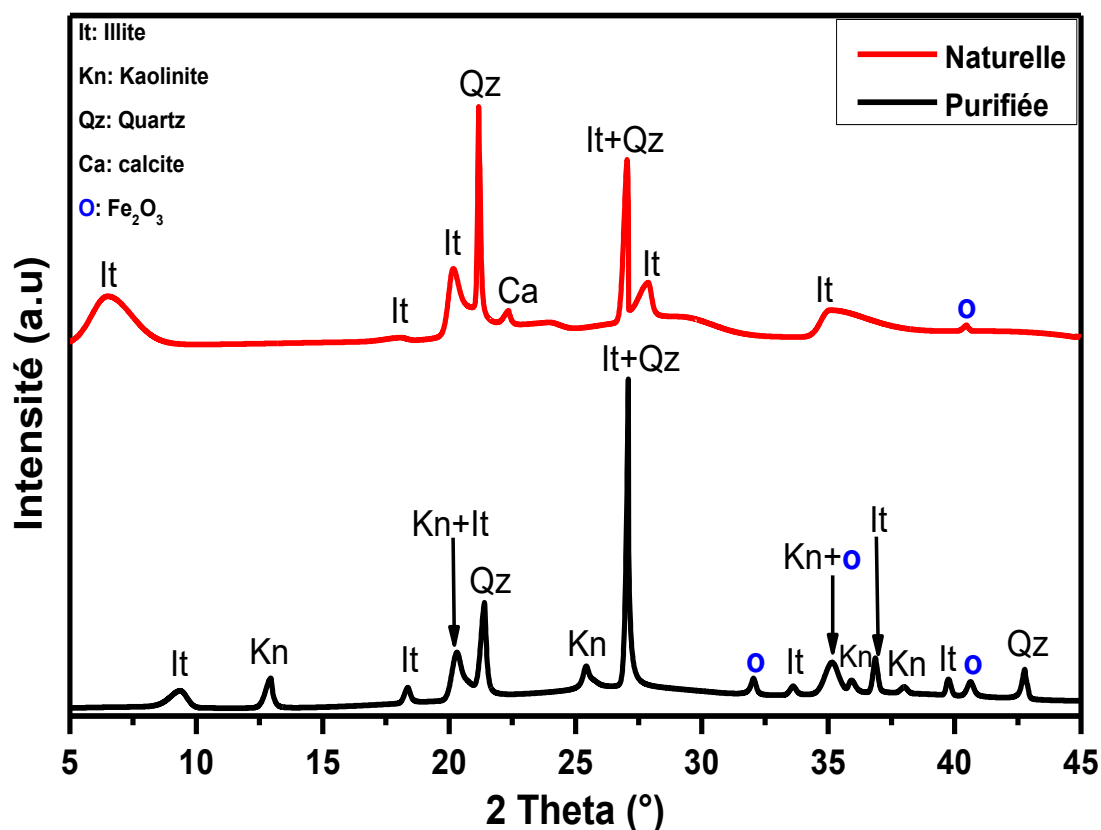


Figure III.2: Diffractogrammes de rayons X de l'argile naturelle et celui de l'argile purifiée.

L'analyse DRX a montré que notre matériau contient un mélange minéralogique de deux argiles, à savoir l'Illite et la Kaolinite [7]. Pour l'échantillon brut, ce matériau présente des pics caractéristiques de la phase illite accompagnée par des impuretés cristallines à savoir le Fe_2O_3 , la calcite et le quartz [8,9]. Ceci est en accord avec les résultats observés par l'analyse chimique. Le diffractogramme de l'échantillon activé a montré que le traitement a été adéquat. Nous remarquons un déplacement du premier pic vers les hauts angles qui indique principalement le départ des ions K^+ localisés dans l'espace interfoliaire, caractérisés par un grand rayon atomique

provoquant l'écartement des feuilles en augmentant la distance de l'espace interfoliaire. Ces cations ont été remplacés par le cation Na^+ dans la dernière étape de l'activation. Le traitement a éliminé presque tout le quartz et aussi a détruit totalement la calcite. Cette disparition a été en faveur de l'intensification et l'apparition des nouveaux autres pics de l'illite, la kaolinite et le Fe_2O_3 [10]. Puisque le Fe_2O_3 n'a pas été éliminé lors du traitement, il est à dire qu'il est inclus dans la charpente de l'illite par substitution isomorphe. L'apparition de la Kaolinite est attribuée à l'attaque acide de l'illite qui donne lieu à la transformation de l'illite en kaolinite [11].

III.4. SPECTROSCOPIE IRTF

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse utilisée pour détecter des structures et identifier des groupes fonctionnels organiques et/ou inorganiques. Elle est basée sur la détection des vibrations des espèces polynucléaires contenues dans des échantillons. Les spectres IRTF de nos échantillons sont représentés sur la Figure III.3.

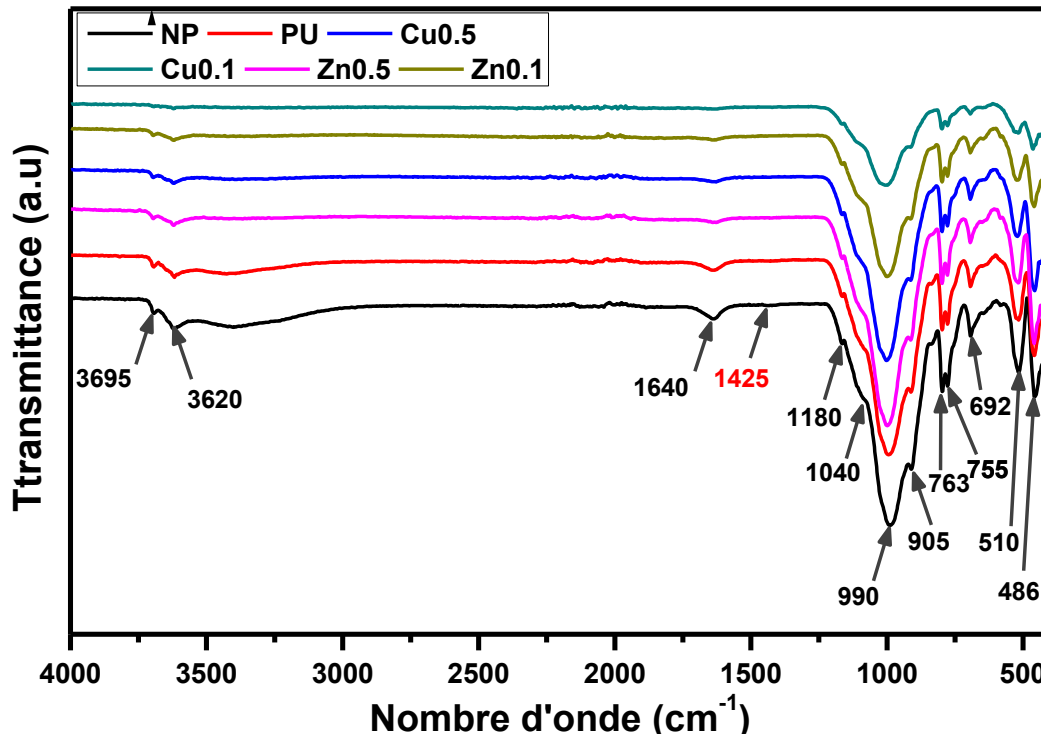


Figure III.3: Spectres infrarouges de l'argile naturelle, l'argile purifiée et les argiles échangées.

Tous les spectres infrarouges présentés sur la Figure III.3 sont caractéristiques de la structure de l'illite. Les bandes situées entre 3620 cm^{-1} et 3695 cm^{-1} correspondent aux étirements O–H du groupe hydroxyle interne et de la surface. La bande de vibration à 1640 cm^{-1} est attribuée à la liaison (OH-H₂O) de la surface. La petite bande à 1425 cm^{-1} qui apparaît que dans l'échantillon de l'argile brute est caractéristique à la petite quantité des CO₃²⁻. Ceci confirme que le traitement de l'argile a été adéquat. L'épaulement apparu à 1180 cm^{-1} est la vibration apical (SiO) dans le quartz. La bande intense à 990 cm^{-1} est attribuée à l'élongation Si-O. La bande chevauchée à 1040 cm^{-1} est aussi attribuée à l'élongation Si-O de la kaolinite. La bande d'environ 905 cm^{-1} est attribuée à la flexion des vibrations OH dans les fragments Al-OH-Al. Les bandes à 763 cm^{-1} , 755 cm^{-1} et à sont accordées aux vibrations des liaisons Si-O, Si-O-Si et Si-O-Al de la muscovite, la kaolinite et le quartz, respectivement. Les deux signaux à 510 cm^{-1} et 486 cm^{-1} sont attribués à l'élongation de la Si-O et la Si-O-Si dans le quartz [12,13]. Outre les bandes caractéristiques, nous remarquons un rétrécissement de la largeur de la bande hydroxyle situé entre $3100\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$. Ce changement signifie que le CuO et le ZnO sont chargés sur les groupes hydroxyles amphotères (Al-OH) situés à la surface des bords des particules d'illite [14].

III.5. SPECTROSCOPIE UV-Vis DU SOLIDE

Pour confirmer la formation de l'oxyde de cuivre et l'oxyde de zinc à l'intérieur de l'illite, nous avons utilisé la spectroscopie UV-vis qui sert à déterminer l'environnement de coordination des métaux de transitions. La Figure III.4 montre les spectres UV-vis de nos échantillons.

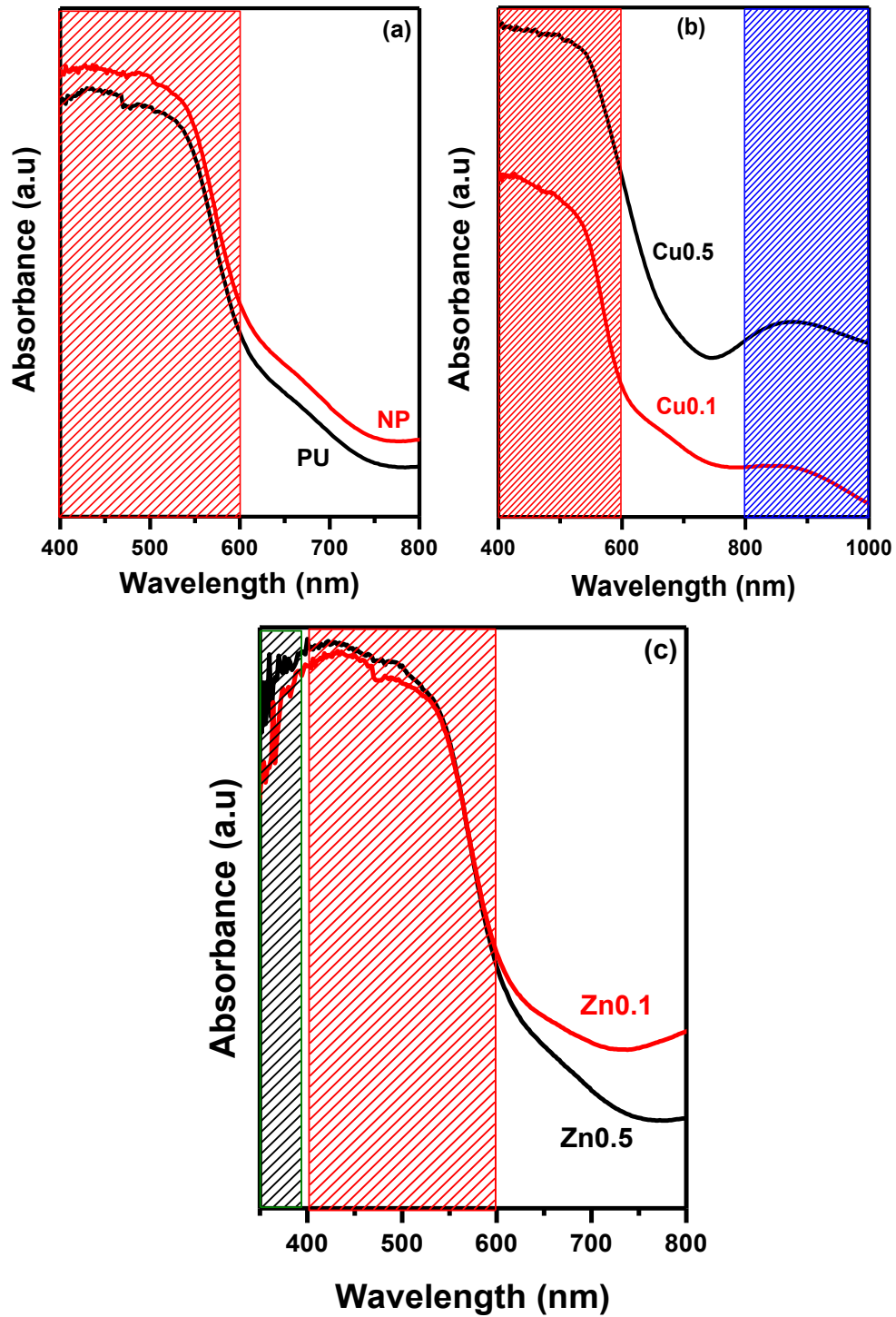


Figure III.4: Spectres UV-vis de (a) l'argile naturelle et l'argile purifiée (b) les argiles échangées au cuivre 0,1 M et 0,5 M (c) les argiles échangées au zinc 0,1 M et 0,5 M.

Pour la Figure III.4(a), les deux argiles présentes un pic aux environ de 400-600 nm qui est attribué au Fe_2O_3 [15]. Ceci confirme la présence de Fe_2O_3 des résultats trouvés par l'analyse chimique, XPS et la DRX. Nous remarquons aussi que le pic de l'argile non purifiée est légèrement supérieur à celui de l'argile purifiée. Ceci est due à la perte des nanoparticules Fe_2O_3 lors de la purification de l'argile. Il est à rappeler que, en outre de la formation de la kaolinite, la lixiviation acide isole les nanoparticules Fe_2O_3 [16]. Sur la Figure III.4(b), nous observons la présence de deux pics pour les deux échantillons Cu 0.1 et Cu 0.5 : (i) dans la région 400-600 nm attribué au Fe_2O_3 [15] et (ii) au environ de 800-1000 accordé à la présence de CuO [17] confirmant la formation de l'oxyde de cuivre. La Figure III.4(c) montre les pics d'absorption des deux matériaux Zn0.1 et Zn0.5. Elle présente deux bandes : (i) entre 350-400 nm affirmant la formation de ZnO [18] et (ii) entre 400-600 nm attribué à la présence de Fe_2O_3 de l'illite [15]. Contrairement aux courbes de Zn0.1 et de Zn0.5 qui présentent pratiquement des concentrations similaires (Figure III.4(c)), nous remarquons une différence de concentrations dans les courbes de Cu0.1 et de Cu0.5 (Figure III.4(b)). Cette différence est attribuée à l'affinité de l'illite vers les ions Cu^{2+} par rapport aux ions Zn^{2+} [19].

Références bibliographiques

- [1] M. Elmeliani, F. Djafri, A. Djafri, D. Belbali, Evaluation of Reaction of Aza Michael Catalyzed by the Raw Red Clay of Adrar-Algeria Zone, under Solvent-Free Conditions, and at Room Temperature, *Scholar Journal of Applied Sciences and Research* 2 (2019) 01–05.
- [2] A. Barrera, F. Tzompantzi, J. Campa-Molina, J. E. Casillas, R. Pérez-Hernández, S. Ulloa-Godinez, C. Velásquez, J. Arenas-Alatorref, Photocatalytic activity of Ag/Al₂O₃–Gd₂O₃ photocatalysts prepared by the sol–gel method in the degradation of 4-chlorophenol, *RSC Advances* 8 (2018) 3108-3119.
- [3] A. Kaur, P. Chahal, T. Hogan, Selective Fabrication of SiC/Si Diodes by Excimer Laser Under Ambient Conditions, *IEEE Electron Device Letters* 37 (2016) 142–145.
- [4] T. Yang, R. He, G. Nie, W. Wang, G. Zhang, Y. Hu, L. Wu, Creation of Hollow Calcite Single Crystals with CQDs: Synthesis, Characterization, and Fast and Efficient Decontamination of Cd (II), *Scientific Reports* 8 (2018) 17603.
- [5] Y. Chen, Q. Feng, G. Zhang, D. Liu, R. Liu, Effect of Sodium Pyrophosphate on the Reverse Flotation of Dolomite from Apatite, *Minerals* 8 (2018) 278.
- [6] M.Todea, E. Vanea, S. Bran, P.Berce, S. Simon, XPS analysis of aluminosilicate microspheres bioactivity tested in vitro Author links open overlay panel, *Applied Surface Science* 270 (2013) 777-783.
- [7] J. Shi, Z. Yu, B. Chen, J. Zheng, Preparation and Mechanical Properties of Composites Based on Rigid Polyvinyl Chloride Filled with Organic Modified Illite Powder, *Journal of Macromolecular Science Part B Physics* 54 (2015) 507-516.
- [8] S.E. Kaczmarek, J.M. Gregg, D.L. Bish, H.G. Machel, B.W. Fouke, Dolomite, very high-magnesium calcite, and microbes—implications for the microbial model of dolomitization (2017). <https://doi.org/10.2110/sepmsp.109.01>.
- [9] M. Takeda, T. Onishi, S. Nakakubo, S. Fujimoto, Physical Properties of Iron-Oxide Scales on Si-Containing Steels at High Temperature, *Materials Transactions* 50 (2009) 2242-2246.
- [10] R. Das, C. Witanachchi, Z. Nemat, V. Kalappattil, I. Rodrigo, J.Á. García, E. Garaio, J. Alonso, V.D. Lam, A.-T. Le, M.-H. Phan, H. Srikanth, Magnetic Vortex and Hyperthermia Suppression in Multigrain Iron Oxide Nanorings, *applied sciences* 10 (2020) 787.

- [11] F. Civan, Reservoir Formation Damage, Chapter 13 - Inorganic scaling and geochemical formation damage (2007) 407-467.
- [12] J. García-Tojal, E. Iriarte, S. Palmero, M.R. Pedrosa, C. Rad, S. Sanllorente, M.C. Zuluaga, M. Cavia-Saiz, D. Rivero-Perez, P. Muñiz, Phyllosilicate-content influence on the spectroscopic properties and antioxidant capacity of Iberian Cretaceous clays, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 251 (2021) 119472.
- [13] S. Nekhlaoui, H. Abdelaoui, M. Raji, H. Essabir, D. Rodrigue, M.O. Bensalah, R. Bouhfid, A. Qaiss, Assessment of thermo-mechanical, dye discoloration, and hygroscopic behavior of hybrid composites based on polypropylene/clay (illite)/TiO₂, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 113 (2021) 2615-2628.
- [14] Z. Dong, M. Ling, M. Han, G. Ren, J. Zhang, X. Ren, F. Li, B. Xue, Preparation and properties of TiO₂/illite composites synthesized at different hydrothermal pH values, *Chemical Physics* 525 (2019) 110394.
- [15] P. Marturano, L. Drozdová, G.D. Pirngruber, A. Kogelbauer, R. Prins, The mechanism of formation of the Fe species in Fe/ZSM-5 prepared by CVD, *Physical Chemistry Chemical Physics* 3 (2001) 5585-5595.
- [16] B. Boukoussa, F. Abidallah, Z. Abid, Z. Talha, N. Taybi, H. Sid El Hadj, R. Ghezini, R. Hamacha, A. Bengueddach, Synthesis of polypyrrole/Fe-kanemite nanocomposite through in situ polymerization: effect of iron exchange, acid treatment, and CO₂ adsorption properties, *Journal of Materials Science* 52 (2017) 2460-2472.
- [17] H.L.S. Santos, P.G. Corradini, M.A.S. Andrade Jr, L.H. Mascaro, CuO/NiO_x thin film-based photocathodes for photoelectrochemical water splitting, *Journal of Solid State Electrochemistry* 24 (2020) 1899-1908.
- [18] S.S. Kanmani, K. Ramachandran, S. Umopathy, Eosin Yellowish Dye-Sensitized ZnO Nanostructure-Based Solar Cells employing Solid PEO Redox Couple Electrolyte, *International Journal of Photoenergy* (2012) 1-8.
- [19] H. Farrah, D. Hatton, W.F. Pickering, The affinity of metal ions for clay surfaces, *Chemical Geology* 28 (1980) 55-68.

CONCLUSION GENERALE

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une étude générale portant sur le traitement, la modification, et la caractérisation physico-chimique d'une argile Algérienne collectée de la région de la wilaya d'Adrar. Généralement, les argiles présentent des propriétés pharmaceutiques et parapharmaceutiques très intéressantes. Cette étude a donc permis de valoriser un matériau naturel local tout en élargissant nos connaissances dans le domaine de traitement et modification afin d'attribuer certaines propriétés à l'argile pour éventuelles applications.

L'étude bibliographique réalisée nous a permis de passer en revue les divers types d'argiles en mettant l'accent sur leurs principales classes minéralogiques, leurs structures, et leurs domaines d'application.

Pour l'aspect pratique, nous avons d'abord activé l'argile brute et l'analyser finement par différentes méthodes de caractérisation. Il s'est avéré qu'il s'agit de l'illite riche en Fer. Le matériau purifié a ensuite été imprégné par le cuivre et par le zinc à 0,1 M et 0,5 M puis calciné à 430 °C pour former les oxydes des métaux. Les techniques de caractérisations utilisées ont confirmé la présence du CuO et du ZnO à l'intérieur de l'argile.

Cette étude nous a permis de valoriser un produit naturel Algérien, pour l'utiliser dans des futures applications médicales durables. L'argile a une propriété thérapeutique qui doit être utilisée et incorporée dans le domaine pharmaceutique comme un antibiotique et dans le domaine parapharmaceutique comme agent antibactérien et même le commercialiser sous forme des gels, des émulsions dermiques mise en profit.