



RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET
POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique

École Nationale Polytechnique



Avec l'aimable collaboration de : **cosider** كوسيدار Carrières

Département : Génie minier

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie minier

Micronisation et amélioration de l'indice de blancheur des carbonates de calcium du gisement de Djebel El Madjène -COSIDER Carrières

Par :
Selma BENDIFF
Kamilia BOUGHANI

Dirigé par :
Promoteur : Pr. Malek OULD HAMOU
Co-Promoteur: Dr. Farid Aghilasse MANSOUR

Soutenu publiquement le : 16/11/2025

Composition du Jury

Président	M. Moussaoui Elabas	ENP
Examineur	Dr. MESSAI Ali	ENP
Représentant de l'incubateur	Dr. BOUSBAI M'hamed	ENP

ENP 2025



Avec l'aimable collaboration de : **cosider** كوسيدار Carrières

Département : Génie minier

Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie minier

Micronisation et amélioration de l'indice de blancheur des carbonates de calcium du gisement de Djebel El Madjène - COSIDER Carrières

Par :

Selma BENDIFF
Kamilia BOUGHANI

Dirigé par :

Promoteur : Pr. Malek OULD HAMOU
Co-Promoteur: Dr. Farid Aghilasse MANSOUR

Soutenu publiquement le : 16/11/2025

Composition du Jury

Président	M. Moussaoui Elabas	ENP
Examineur	Dr. MESSAI Ali	ENP
Représentant de l'incubateur	Dr. BOUSBAI M'hamed	ENP

ENP 2025

الملخص

يتناول هذا العمل في إطار مشروع نهاية الدراسة عملية التحجيم الدقيق وتحسين مؤشر البياض لكريونات الكالسيوم أجل الحصول على حجم من تحسين شروط الطحن. يهدف هذا البحث أساساً إلى جبل المجانة (CaCO₃). (قسنطينة) المستخرجة من منجم جسيمات في النطاق الميكرومترى مع تحسين الخصائص البصرية للمنتج. تم إجراء سلسلة من تجارب الطحن بسرعات وأزمنة مختلفة، تلتها تحليلات حبيبية (غرانولومترية) ولونية. وقد تبين أن الإضافة المضبوطة لحمض الستريك كمادة سطحية (بنسبة 0.1–0.3%) فعالة في تقليل ظاهرة الانسداد، وتحسين الانتشار. وزيادة درجة البياض لتصل إلى قيم تفوق 98%. أما عند التركيزات العالية (> 2%)، فقد أصبح المنتج كارهاً للماء (هيدروفوبياً) مع انخفاض في درجة البياض. تؤكد النتائج المتحصل عليها أن الدمج بين عملية الطحن الميكروني المثلى والمعالجة السطحية المناسبة يمثل وسيلة فعالة لتحسين كريونات الكالسيوم المحلية واستعمالها في تطبيقات صناعية ذات قيمة مضافة عالية. الكلمات المفتاحية: كريونات الكالسيوم، التحجيم الدقيق، البياض، الطحن، حمض الستريك، التحليل الحبيبي.

Abstract

This final-year project focuses on the micronization and improvement of the whiteness index of calcium carbonate (CaCO₃) extracted from the Djebel El Madjène deposit (Constantine). The main objective is to optimize grinding conditions to achieve micrometric particle sizes while enhancing the optical quality of the product. A series of grinding tests at different speeds and durations were carried out, followed by granulometric and colorimetric analyses. The controlled addition of stearic acid as a surface agent (0.1–0.3%) effectively reduced clogging, improved particle dispersion, and increased whiteness, reaching values above 98%. However, at higher concentrations (> 2%), the samples became hydrophobic and exhibited a decrease in whiteness. The results demonstrate that combining optimized micronization with controlled surface treatment offers an efficient approach to upgrading locally sourced calcium carbonate for industrial applications with higher added value.

Keywords: Calcium carbonate, micronization, whiteness, grinding, stearic acid, particle size distribution.

Résumé

Le présent travail de fin d'études porte sur la micronisation et l'amélioration de l'indice de blancheur du carbonate de calcium (CaCO₃) extrait du gisement de Djebel El Madjène (Constantine). L'objectif principal est d'optimiser les conditions de broyage afin d'obtenir une taille de particules micrométriques tout en améliorant les propriétés optiques du produit. Une série d'essais de broyage à différentes vitesses et durées a été réalisée, suivie d'analyses granulométriques et colorimétriques. L'ajout contrôlé d'acide stéarique comme agent de surface (0,1–0,3%) s'est révélé efficace pour limiter le colmatage, améliorer la dispersion et accroître la blancheur, atteignant des valeurs supérieures à 98%. En revanche, à des teneurs élevées (> 2%), le produit devient hydrophobe et présente une baisse de blancheur. Les résultats obtenus confirment que la combinaison d'une micronisation optimisée et d'un traitement de surface adapté constitue une voie efficace pour valoriser le carbonate de calcium local à des fins industrielles à haute valeur ajoutée.

Mots-clés : Carbonate de calcium, micronisation, blancheur, broyage, acide stéarique, granulométrie.

Remerciements

Avant tout, nous rendons grâce à Dieu Tout-Puissant qui nous a accordé la santé, la patience et la volonté nécessaires pour mener à bien ce travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à notre promoteur, **le Professeur Malek OULD HAMOU**, pour sa disponibilité, ses précieux conseils et son accompagnement constant tout au long de la réalisation de ce projet. Ses orientations scientifiques et ses remarques constructives ont largement contribué à la réussite de ce travail, et nous tenons à remercier notre co-promoteur **Mr MENSOUR Farid Aghilasse** pour son aide et son soutien.

Nous souhaitons exprimer nos vifs remerciements à **l'entreprise COSIDER carrières, à sa tête son PDG, Mr Abdelhakim BOUKHARI**, pour avoir proposé le thème de ce projet de fin d'études, qui s'inscrit dans une problématique concrète et actuelle du secteur industriel. Leur contribution a permis d'enrichir ce travail sur le plan technique et professionnel.

Nous tenons à remercier chaleureusement **Monsieur Elabas MOUSSAOUI**, enseignant au département de Génie Minier pour son aide technique, sa disponibilité et ses précieux conseils. Nous remercions également l'ingénieure de laboratoire **Mme Halima BENAGROUBA** pour sa collaboration et l'ambiance de travail favorable qu'elle nous a offerte.

Nos sincères remerciements au **Dr MESSAI Ali**, Examineur et au **Dr BOUSBAI M'hamed**, responsable de l'incubateur

Aussi ; nous exprimons notre profonde gratitude et remerciements à notre chef de département, **Professeur Sami YAHYAOU**, ainsi qu'à **l'ensemble des enseignants et du personnel du département**, pour la qualité de leur encadrement et leur soutien durant notre parcours académique.

Enfin, nous exprimons toute notre reconnaissance à nos familles et amis pour leur soutien moral, leur compréhension et leurs encouragements permanents, qui ont été pour nous une source essentielle de motivation tout au long de ce parcours.

Dédicaces

Tout d'abord, je rends grâce à Allah pour m'avoir accordé la force, la patience et la sagesse nécessaires pour mener ce travail à son terme.

À ma mère, pour son amour inconditionnel, sa tendresse et ses prières qui ont soutenu chacun de mes pas.

À mon père, modèle de détermination et de savoir, qui m'a transmis l'amour de l'ingénierie et la force de poursuivre mes rêves.

À la mémoire de mon grand frère, parti trop tôt mais à jamais vivant dans mon cœur. Son souvenir demeure une lumière discrète qui continue d'éclairer mon chemin.

À mes frères et à ma sœur, pour leur affection, leur présence et la force que nous puisons les uns des autres.

À mes adorables neveux Sami et Mahdi et à ma chère nièce Sarah, dont les sourires illuminent ma vie et donnent à chaque jour une saveur particulière.

À tous mes professeurs, pour chaque leçon, chaque conseil et chaque encouragement qui ont façonné mon parcours, je vous adresse ma gratitude sincère.

À mes chères amies Lydia, Rania, Lydia et Amira, pour leur écoute, leur soutien et les moments de complicité partagés tout au long de ce parcours.

À moi-même, pour chaque pas accompli dans le silence, chaque nuit de travail, chaque moment de doute surmonté et chaque rêve poursuivi avec patience et détermination.

Sans chacun d'entre vous, ce travail n'aurait jamais été possible, Il est le fruit de tout votre amour, de votre confiance et de vos prières, et je vous en remercie profondément.

À toutes les personnes qui ont croisé mon chemin et m'ont offert soutien, aide ou simplement un sourire, je dédie ce travail à chacun d'entre vous en signe de gratitude et de reconnaissance.

Selma

بسم الله الرحمن الرحيم

الحمد لله الذي بنعمته تتم الصالحات والشكر لله أ ولا وأخيرا على فضله وكرمه وتوفيقه في كل خطوة من مسيرتي

C'est avec une joie immense gratitude et un cœur empli d'émotion que je dédie ce mémoire à tous ceux qui ont accompagné, soutenu et prié pour moi tout au long de ce parcours.

À mon père

Pilier de ma vie, l'œil attentif compréhensif et la personne la plus digne de mon estime et de mon respect. Aucune dédicace ne saurait exprimer ma reconnaissance et mon profond amour. Vous êtes et vous resterez mon premier repère, la lumière qui illumine mon chemin. Ce travail est le résultat de l'esprit de sacrifice dont vous avez fait preuve, de l'encouragement et le soutien que vous cessez de manifester, j'espère que vous y trouverez les fruits de votre semence et le témoignage de ma grande fierté de vous avoir comme Papa. Puisse Dieu vous préserver et vous procurer santé et bonheur.

À ma mère

Maman, il n'existe pas de mots capables de décrire toute la gratitude que j'ai pour toi. Ton amour inconditionnel, ta patience infinie et ton courage silencieux ont façonné la personne que je suis aujourd'hui. Chaque sourire que tu m'offres, chaque sacrifice que tu as fait, chaque prière silencieuse pour moi... tout cela résonne dans ma vie comme une bénédiction.

Je dédie cette réussite à ton cœur immense et à ta lumière, en te remerciant pour tout ce que tu es et tout ce que tu as fait. Que le Dieu continue de te protéger et de t'apporter bonheur et sérénité, car tu le mérites plus que tout.

À mes frères et ma petite sœur

Merci d'avoir été à mes côtés, dans les rires comme dans les moments difficiles. Vous êtes mon soutien, ma force et ma joie et chaque réussite de ma vie est plus belle parce que je peux la partager avec vous. Frères et Sœur, votre amour et votre complicité sont un trésor inestimable que je chérirai toujours.

À mes Professeurs, pour leur dévouement leur patience et la lumière du savoir qu'ils transmettent avec passion. Que Dieu les récompense pour leur guidance, leur bienveillance et leur engagement.

À mes amies, ces âmes précieuses qui ont su embellir mon chemin de leurs sourires, de leurs encouragements et de leur présence sincère. Merci pour chaque mot réconfortant, chaque éclat de rire partagé et chaque instant d'écoute. Vous avez été ma lumière dans les jours de réussite. Que Dieu vous garde, vous bénisse et vous comble de bonheur et de succès dans toutes vos voies.

À ma personne préférée, Ta présence dans ma vie est un refuge et une lumière. Chaque instant à tes côtés m'apaise, me réconforte et me rappelle combien ce lien est rare et précieux. Je remercie le Dieu de t'avoir mis sur mon chemin et de partager ce trésor avec moi.

Enfin, à tous ceux et celles qui, de près ou de loin, ont cru en moi : priez pour moi ou simplement offrez moi un mot bienveillant ; je vous dédie ce travail avec un cœur profondément reconnaissant et empli d'amour.

-BOUGHANI Kamilia-

Table de matière

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale 13

I Partie théorique

1 Généralités sur le carbonate de calcium 16

- 1.1 Définition.....16
- 1.2 Description.....16
- 1.3 Structure chimique.....17
- 1.4 Propriétés typiques, analyse élémentaire et masse moléculaire.....17
- 1.5 État naturel 17
- 1.6 Description minéralogique.....18
- 1.7 Domaines d'application du carbonate de calcium20
 - 1.7.1 Critères physiques et chimiques.....20
 - 1.7.2 Exigences des principaux secteurs utilisateurs.....20
- 1.8 Production du carbonate de calcium21
 - 1.8.1 Le marché algérien (national)21
 - 1.8.2 Le marché international du carbonate de calcium.....21

2 La Micronisation du carbonate de calcium 24

- 2.1 Définition et objectifs de la micronisation.....24
- 2.2 Techniques de concassage et broyage24
 - 2.2.1 Le concassage24
 - Définition24
 - Types de concassage.....24
 - Degré de concassage et nombre d'étapes24
 - Principaux types de concasseurs et leur fonctionnement.....25
 - Classification des concasseurs selon le mode d'action dominant25
 - Critères de choix des concasseurs ou d'une chaîne de concassage.....26
 - Enchaînement des étapes de concassage.....26
 - Dimensionnement de l'équipement.....26
 - 2.2.2 Le broyage26
 - Définition27
 - Techniques modernes du broyage.....27
 - 2.2.3 Le criblage27
 - Définition27
 - Types de criblage.....27
 - Paramètres influençant l'efficacité du criblage28
- 2.3 Effet de la granulométrie sur les propriétés optiques.....28
- 2.4 Phénomènes de colmatage et solutions techniques29

3	L'amélioration de l'indice de blancheur	31
3.1	Définition et signification de la blancheur	31
3.2	Méthodes de mesure (Y, L, CIELab).....	31
3.3	Facteurs influençant la blancheur	32
3.3.1	Présence d'impuretés colorantes	32
3.3.2	Granulométrie.....	32
3.3.3	Traitements thermiques ou chimiques	32
3.3.4	Composition élémentaire typique	32
3.4	Exigences selon les domaines.....	33
3.4.1	Industrie du papier.....	33
3.4.2	Peintures et revêtements	33
3.4.3	Secteur pharmaceutique.....	33
3.4.4	Plastiques et caoutchoucs.....	33
3.4.5	Mastics et enduits.....	33

II Partie expérimentale

4	Identification du gisement de Djebel El Madjène	36
4.1	Introduction.....	36
4.2	Situation géographique du gisement	36
4.2.1	Localisation du site	36
4.2.2	Réseau hydrographique, géomorphologie et couverture végétale.....	36
4.2.3	Climat de la région	36
4.3	Contexte géologique du gisement	36
4.3.1	Géologie régionale	36
4.3.2	Stratigraphie du site	37
4.3.3	Aspects tectoniques	38
4.3.4	Géologie locale du Djebel El Madjène.....	39
5	Matériel et méthodes.....	41
5.1	Introduction.....	41
5.2	Origine et préparation de l'échantillon.....	41
5.2.1	Origine géologique de l'échantillon.....	41
5.2.2	Préparation initiale de l'échantillon.....	41
5.3	Matériels et équipements utilisés.....	42
5.3.1	Concasseur à mâchoire	42
5.3.2	Tamiseur.....	42
5.3.3	Échantillonneur rotatif.....	43
5.3.4	Étuve.....	44
5.3.5	Broyeur planétaire.....	44
5.3.6	Prétraitement par ajout d'acide stéarique	45
5.3.7	Granulomètre laser.....	46
5.3.8	Microscope Électronique à Balayage (MEB)	47

6 Résultats et discussion.....	49
6.1 Interprétation des résultats obtenus du MEB.....	49
Interprétation de la Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	49
Interprétation de l'Analyse par Spectroscopie à Rayons X à Dispersion d'Énergie (EDS).....	51
6.2 Interprétation des résultats obtenus lors du broyage.....	51
6.2.1 Partie 1 : Comportement du carbonate de calcium brut lors du broyage (sans additif).....	52
Interprétation colorimétrique des échantillons de CaCO_3	53
Analyse et discussion des courbes obtenues.....	53
6.2.2 Partie 2 : Comportement du carbonate de calcium brut lors du broyage (avec additif- acide stéarique).....	58
Effet des différents traitements de surface sur les propriétés optiques et physico-chimiques du (CaCO_3).....	59
Interprétation des paramètres colorimétriques L^* , a^* et b^*	60
6.2.3 Partie 3 : Impact du rebroyage sur la blancheur et la granulométrie....	63
Influence de la Durée Sans Additif ($Q_{\text{acide}}=0\%$).....	64
Influence de l'Additif ($Q_{\text{acide}}=0,1\%$) à Temps Court.....	64
6.3 Synthèse générale sur l'effet du temps, de la vitesse, du second broyage et de l'ajout d'acide stéarique sur l'indice de blancheur et la distribution granulométrique.....	64
Conclusion Générale.....	67
Références bibliographiques.....	69
Annexe A.....	70
Annexe B	73

Liste des tableaux

Tableau 1.1 Propriétés typiques du carbonate de calcium.....	17
Tableau 6.1 Résultats d'analyse EDS.....	51
Tableau 6.2 Résultats granulométriques et colorimétriques des échantillons.....	52
Tableau 6.3 Résultats granulométriques et colorimétriques des échantillons.....	52
Tableau 6.4 Interprétation colorimétrique des échantillons de CaCO_3	53
Tableau 6.5 Synthèse des résultats des essais avec ajout d'acide stéarique).....	58
Tableau 6.6 Comparaison des effets des différents traitements de surface sur le CaCO_3 ..	60
Tableau 6.7 Interprétation des paramètres colorimétriques L^* , a^* et b^*	60
Tableau 6.8 Résultats du rebroyage du carbonate de calcium.....	63
Tableau 6.9 Paramètres colorimétriques complémentaires.....	64

Liste des figures

Figure 1.1 Représentation du calcium (Ca) dans la classification périodique, avec son nombre atomique égal à 20.	16
Figure 1.2 Structure ionique du carbonate de calcium (CaCO_3).....	17
Figure 1.3 Projection de la structure cristallographique de la calcite sur le plan de base.	18
Figure 1.4 Projection de la structure cristallographique de l'aragonite sur le plan de base	19
Figure 1.5 Projection de la structure cristallographique de la vaterite sur le plan de base	20
Figure 2.1 Différents types de concassage	24
Figure 2.2 Schéma de criblage simple	27
Figure 2.3 Schéma montrant le criblage de contrôle (cycle fermé).....	28
Figure 5.1 Des blocs de CaCO_3 prélevés du gisement de Djebel El Majdene	41
Figure 5.2 Tamiseur mécanique	43
Figure 5.3 Tamisage manuel	43
Figure 5.4 Système d'échantillonnage employé.....	43
Figure 5.5 Étape de séchage du carbonate de calcium dans une étuve.....	44
Figure 5.6 Broyeur planétaire à billes RETSCH PM 100 utilisé pour la micronisation du carbonate de calcium.....	45
Figure 5.7 Vue du bol de broyage et des billes en acier de tailles différentes utilisés dans le broyeur planétaire RETSCH PM 100	45
Figure 5.8 Appareil de granulométrie laser FRITSCH – ANALYSETTE 22 NeXT utilisé pour l'analyse de la distribution granulométrique du carbonate de calcium	47
Figure 5.9 Microscope E' lectronique à Balayage (MEB).....	47
Figure 6.1 Résultats MEB (x10000 et x5000).....	49
Figure 6.2 Résultats MEB (x2000 et x500).....	50
Figure 6.3 Résultats MEB (x100)	50
Figure 6.4 Graphe EDS.....	51
Figure 6.5 Courbe granulométrique du CaCO_3 après 15 min de broyage.....	53
Figure 6.6 Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage	54
Figure 6.7 Courbe granulométrique du CaCO_3 après 30 min de broyage.....	54

Figure 6.8 Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage	55
Figure 6.9 Courbe granulométrique du CaCO_3 après 45 min de broyage.....	55
Figure 6.10 Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage.....	56
Figure 6.11 Courbe granulométrique du CaCO_3 après 60 min de broyage	57
Figure 6.12 Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage.....	57
Figure 6.13 Courbe granulométrique du CaCO_3	61
Figure 6.14 Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage.....	62
Figure 6.15 Courbe granulométrique du CaCO_3	62
Figure 6.16 Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage.....	63

Introduction Générale

Le carbonate de calcium (CaCO_3) est une matière première largement utilisée dans des domaines aussi variés que la papeterie, les plastiques, les peintures, la céramique ou encore les matériaux de construction. Cependant, les exigences de qualité deviennent nettement plus strictes lorsqu'il s'agit d'applications pharmaceutiques ou cosmétiques, où la pureté, la blancheur et la finesse des particules doivent atteindre des niveaux élevés et parfaitement maîtrisés. Dans cette perspective, la valorisation du gisement de Djebel El Madjène, situé dans la région de Constantine, représente une opportunité stratégique pour produire un carbonate de calcium ultrafin de haute qualité. Ce gisement, qu'exploite l'entreprise COSIDER carrières, renferme un carbonate riche en CaCO_3 , mais dont l'indice de blancheur reste insuffisant pour les marchés à haute exigence.

Cette blancheur est en effet impactée par la présence d'impuretés minérales telles que les oxydes de fer, les argiles ou encore les matières organiques. Le projet proposé s'inscrit dans une démarche d'amélioration avancée et de transformation à haute valeur ajoutée. Il vise à produire un carbonate de calcium ultra pur et ultrafin, adapté aux standards de l'industrie cosmétique et pharmaceutique, en mettant en œuvre deux axes majeurs :

- 1) Une micronisation **poussée** du carbonate, permettant d'atteindre des granulométries très fines (submicroniques), garanties d'une texture plus douce et d'une dispersion optimisée dans les formulations finales.
- 2) L'utilisation d'un **agent de surface** (acide stéarique) ou d'un détergent efficace dans un traitement de surface visant à éliminer les impuretés responsables de la coloration ou de la contamination, sans altérer la structure minéralogique du produit.

Ce traitement combiné, à la frontière entre le génie minéral, la chimie et les exigences pharmaceutiques, permettra d'évaluer le potentiel du gisement à fournir un carbonate de qualité pharmaceutique et cosmétique conforme aux normes internationales (blancheur > 95%, pureté > 98,5%, granulométrie < 5 μm). L'objectif ultime est de proposer un schéma de traitement optimisé, reproductible à l'échelle industrielle, capable de transformer une ressource locale en un ingrédient fonctionnel à haute valeur ajoutée, destiné aux marchés les plus exigeants.

Partie 1

Partie théorique

Chapitre 1

Généralités sur le carbonate de calcium

1.1 Définition

Le calcium est un métal blanc argenté et relativement tendre, de symbole Ca et de numéro atomique 20.

Il appartient à la famille des éléments alcalino-terreux. Il a été découvert et isolé par Sir Humphry Davy en 1808. À l'état naturel, le calcium n'existe jamais sous forme élémentaire, mais toujours sous forme de composés. Parmi ceux-ci, le carbonate de calcium (CaCO_3) constitue l'un des matériaux les plus abondants de la croûte terrestre. Il forme des roches telles que le calcaire, la craie et le marbre. De plus, il représente le sédiment chimique le plus abondant dans les océans modernes et anciens, constituant environ 10% des sédiments globaux. [16].

Calcium	
+2 589,8 1,00	20
Ca	2 8 8 2
[Ar] 4s ²	
40,078	④

FIGURE 1.1 – Représentation du calcium (Ca) dans la classification périodique, avec son nombre atomique égal à 20.

1.2 Description

Le carbonate de calcium se présente sous la forme d'une poudre ou de cristaux blancs, inodores et insipides. C'est un minéral largement répandu dans la nature, constituant principal de nombreuses roches sédimentaires (calcaires, craies, marbres) et entrant dans la composition des coquilles d'organismes marins.

Ses principales caractéristiques sont les suivantes :

- **Dénomination** : Carbonate de calcium
- **Formule chimique** : CaCO_3
- **Masse moléculaire** : 100.09
- **Forme cristalline** : Calcite rhomboédrique
- **Composition moyenne de la croûte terrestre** : 4 d'élément calcium (Ca), soit environ 7 de carbonate de calcium (CaCO_3)

[16]

1.3 Structure chimique

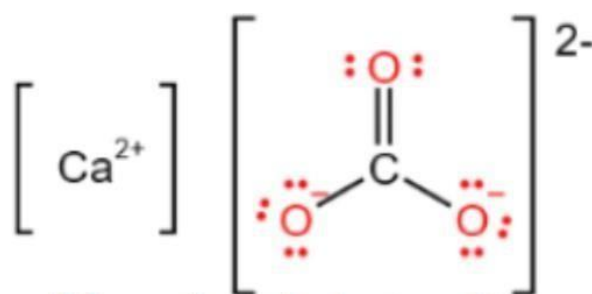


FIGURE 1.2 – Structure ionique du carbonate de calcium (CaCO₃).

[16]

1.4 Propriétés typiques, analyse élémentaire et masse moléculaire

Le carbonate de calcium est faiblement soluble dans l'eau pure et dans l'éthanol (95 %), mais sa solubilité augmente en présence de dioxyde de carbone, formant du bicarbonate de calcium (Ca(HCO₃)₂) soluble. Sur le plan chimique, il réagit avec les acides pour libérer du dioxyde de carbone, selon la réaction d'effervescence caractéristique :

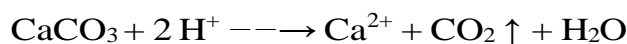


TABLE 1.1 – Propriétés typiques du carbonate de calcium

Propriété	Valeur / Observation
Acidité / alcalinité	pH ≈ 9,0
Densité en vrac	0,8
Densité taraudée	1,2
Fluidité	Cohésive
Dureté (échelle de Mohs)	3,0 (type Millicarb) Point de fusion Se décompose à 825
Indice de réfraction	1,59
Densité spécifique	2,7
Surface spécifique	6.216.47
Masse moléculaire	100,09
Composition élémentaire	C : 12 ; Ca : 40,04 ; O : 47,96

[16]

1.5 État naturel

Le calcium se trouve le plus souvent dans la nature sous la forme de carbonate de calcium (CaCO₃), notamment sous les formes minérales de la calcite ou de l'aragonite. C'est un constituant majeur des roches calcaires, qui, comme leur nom l'indique, sont composées en majorité de CaCO₃ (plus de 50 %). Il est aussi présent dans des roches sédimentaires comme les dolomies, composées de dolomite (Ca, Mg)CO₃, ou les marnes, qui sont un mélange de calcite et d'argile. Les carbonates de calcium employés comme agents de charge sont habituellement dérivés du concassage de roches naturelles, classées par degré de blancheur croissant : craie, calcaire et marbre. [8, 16]

- **Le calcaire :**

C'est un minéral naturel composé principalement de plus de 95 % de carbonate de calcium, mais pouvant également contenir du carbonate de magnésium comme composant secondaire. On le trouve sous de nombreuses formes et il est classé en fonction de son origine, de sa composition chimique, de sa structure et de sa formation géologique. Le calcaire est largement répandu dans le monde entier et constitue la roche concassée la plus couramment utilisée.

- **La craie :**

C'est une roche carbonatée sédimentaire marine, blanche, à grain très fin, tendre, poreuse, perméable et assez pure, contenant presque exclusivement du carbonate de calcium (CaCO_3) composé principalement de calcite et d'un peu d'argile.

- **Le marbre :**

Le marbre est une roche métamorphique composée principalement de calcite ou de dolomite. Sa formation se produit lorsque des roches calcaires sont soumises à des températures et pressions élevées pendant de longues périodes, provoquant la recristallisation du carbonate de calcium sous forme de grains plus gros et interconnectés. Cette transformation confère au marbre sa texture et sa brillance caractéristiques.

Les gisements de calcaire sont largement répandus à travers le monde, représentant environ 20 % des roches sédimentaires. L'extraction se fait généralement à ciel ouvert, en raison de l'accessibilité des dépôts.

[8, 16]

1.6 Description minéralogique

Le carbonate de calcium (CaCO_3) existe principalement sous trois formes cristallines :

- **Calcite :**

C'est la forme la plus stable et la plus abondante dans la nature. La calcite est le polymorphe thermodynamiquement stable du carbonate de calcium ; on la trouve sous de nombreuses formes. Elle cristallise dans le système rhomboédrique et ses paramètres cristallographiques sont : $a = 6,361 \text{ \AA}$ et $\alpha = 46^\circ 6'$.

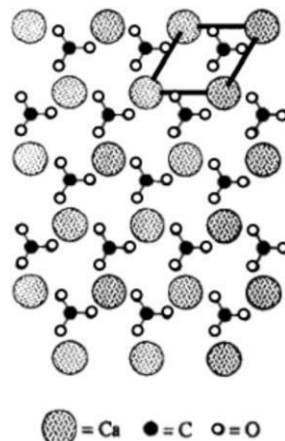


FIGURE 1.3 – Projection de la structure cristallographique de la calcite sur le plan de base.

La figure 1.3 représente sa structure cristallographique, constituée de plans d'ions calcium perpendiculaires à l'axe c. Les plans sont distants de 3,028 Å et les ions Ca^{2+} y sont disposés en triangles équilatéraux, à 4,96 Å de distance les uns des autres. Les plans de calcium sont séparés, à équidistance, par un plan d'ions carbonate. Ainsi, chaque ion calcium est entouré de six oxygènes [Dědek, 1966]. La maille élémentaire, représentée en gras sur la figure, contient deux motifs CaCO_3 . Les cristaux de calcite prennent la forme de rhomboèdres presque cubiques [Dědek, 1966].

- **Aragonite :**

Moins stable que la calcite, cette forme métastable du carbonate de calcium est le composant principal de la perle, du corail et des coquilles de nombreux organismes marins. L'aragonite cristallise dans le système orthorhombique ; ses paramètres de maille sont : $a = 4,94 \text{ Å}$, $b = 7,94 \text{ Å}$ et $c = 5,72 \text{ Å}$ [Dědek, 1966].

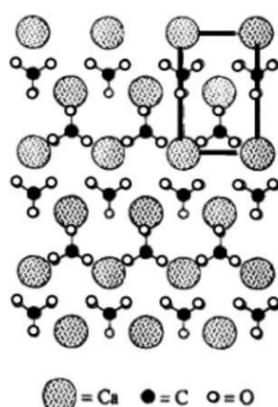


FIGURE 1.4 – Projection de la structure cristallographique de l'aragonite sur le plan de base.

La figure 1.4 montre sa structure cristallographique. L'aragonite est constituée d'un empilement de plans d'ions calcium, disposés en triangles équilatéraux. Contrairement à la calcite, les plans de calcium sont séparés par deux plans d'ions carbonate, de sorte que chaque ion calcium est entouré de neuf anions oxygène. La maille élémentaire contient quatre motifs CaCO_3 . Les cristaux d'aragonite ont généralement un aspect de bouquets d'aiguilles.

- **Vatérine :**

Forme métastable rare, contrairement à la calcite et à l'aragonite, la vatérine est très peu présente dans les minéraux naturels [Grasby, 2003]. Exposée à l'eau, elle est très instable et recristallise généralement sous forme de calcite. On en trouve toutefois dans les coquilles d'escargots [Ma et Lee, 2006]. La vatérine cristallise dans le système hexagonal. Ses paramètres de maille sont : $a = 4,12 \text{ Å}$ et $c = 8,556 \text{ Å}$ [Dědek, 1966]. Sa structure cristallographique (figure I-6) montre des groupements carbonate alignés parallèlement à l'axe c. Ses cristaux se présentent sous forme d'aiguilles, de fleurs ou de lentilles.

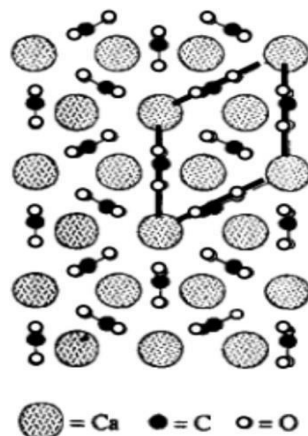


FIGURE 1.5 – Projection de la structure cristallographique de la vaterite sur le plan de base.

[10, 11]

1.7 Domaines d'application du carbonate de calcium

Le carbonate de calcium est un composé chimique largement sollicité dans de nombreux domaines. Son utilisation varie selon sa forme (précipité ou naturelle), sa granulométrie et ses propriétés spécifiques. C'est un composé polyvalent qui offre des avantages significatifs dans plusieurs secteurs industriels. Voici quelques domaines d'utilisation courants du carbonate de calcium :

- Industrie cosmétique,
- Industrie du papier,
- Industrie de la peinture et des revêtements,
- Industrie des plastiques,
- Traitement de l'eau,
- Agriculture,
- Secteur environnemental.

1.7.1 Critères physiques et chimiques

Le carbonate de calcium est apprécié pour :

- Sa blancheur élevée,
- Sa stabilité chimique,
- Sa faible abrasivité,
- Sa capacité à neutraliser les acides.

1.7.2 Exigences des principaux secteurs utilisateurs

- **Industrie pharmaceutique** : utilisé comme excipient et source de calcium dans les médicaments.
- **Industrie alimentaire** : employé comme additif (E170) pour la coloration blanche et comme agent anti-agglomérant.
- **Matériaux de construction** : composant principal du ciment et du béton.

- **Industrie papetière** : utilisé comme charge pour améliorer l'opacité et la blancheur du papier.

[12]

1.8 Production du carbonate de calcium

1.8.1 Le marché algérien (national)

Actuellement, des usines de production de carbonate de calcium sont opérationnelles à Mascara, tandis que d'autres sont en cours de construction, notamment à El Khroub (Constantine) et à Oum El Bouaghi.

- **Répartition géographique du potentiel minier**

L'Algérie dispose d'un vaste potentiel en gisements de carbonate de calcium, notamment :

- **À l'Ouest** :
- Béni Saf,
- M'saïd,
- Oggaz.
- **À l'Est (région de Constantine)** :
- El Khroub (Bounouara),
- M'zaret El Maïze,
- Settas,
- Mazoula,
- Tegmert,
- Djebel Bergli,
- Kef El Ogueb,
- Aïn El Merdja,
- Koudiat Gemma,
- Oued Rarezel,
- Aïn Mokhtar,
- Kef Kellal,
- Kef Salah.

Ces gisements offrent un carbonate de calcium à haute pureté, exploitable pour des applications industrielles variées : peinture, PVC, cosmétiques, papier, alimentation animale, etc.

Objectifs nationaux :

- Réduire les importations de CaCO_3 de qualité industrielle,
- Soutenir les industries locales en matière première,
- Valoriser les ressources minières nationales par des procédés de traitement (broyage, micronisation, blanchiment).

1.8.2 Le marché international du carbonate de calcium

1. Taille et croissance du marché mondial.

Le marché mondial du carbonate de calcium (CaCO_3) est en croissance continue, soutenu par la demande de plusieurs secteurs industriels, tels que :

- Le papier et l’emballage (principal secteur utilisateur),
- Les plastiques et polymères,
- Les peintures et revêtements,
- Les produits pharmaceutiques et alimentaires,
- Les cosmétiques,
- La construction (ciment, chaux).

Selon les rapports récents (2024), la taille du marché mondial du CaCO_3 est estimée à plus de **24 milliards USD**, avec un taux de croissance annuel moyen ou Compound Annual Growth Rate) (*CAGR*) (*CAGR*) d’environ **5 à 6 %** jusqu’en 2030.

[8, 13]

• Répartition par type de carbonate

À l’échelle mondiale, le carbonate de calcium est disponible sous deux formes principales : le carbonate de calcium broyé (GCC) et le carbonate de calcium précipité (CCP).

Le GCC est une forme naturelle obtenue par extraction minière, suivie d’un broyage à sec ou en milieu humide selon les spécificités du produit final.

En revanche, le CCP, également appelé carbonate de calcium purifié ou synthétique, est obtenu par précipitation chimique. Il peut se présenter sous trois polymorphes cristallins principaux : calcite, aragonite et vaterite, selon les conditions de réaction et la nature des impuretés présentes dans le procédé de fabrication.

La commercialisation du CCP remonte à 1841. Depuis, de nombreux procédés de production ont été développés à partir de diverses sources, conduisant à l’obtention de morphologies et tailles de particules variées, chacune conférant au produit final des propriétés physico-chimiques spécifiques.

Comparé au GCC, le CCP présente des propriétés physiques supérieures, notamment :

- Une meilleure blancheur,
- Une opacité accrue,
- Une pureté plus élevée,
- Une surface spécifique et une porosité interne plus développées,
- Une capacité élevée d’absorption chimique et de liaison.

Cependant, il tend à former des agrégats importants, plusieurs cristaux se développant conjointement pour former une particule unique. Sa distribution granulométrique plus homogène lui confère une texture plus douce et une abrasivité réduite, ce qui le rend particulièrement adapté à des applications exigeantes.

• Principaux pays producteurs :

- **Chine** : leader mondial, avec plusieurs millions de tonnes produites annuellement,
- **Inde** : grand producteur à faible coût, en forte croissance,
- **États-Unis**,
- **Japon**,
- **Allemagne**.

Ces pays abritent également les plus grandes entreprises spécialisées dans le CaCO_3 , telles que Imerys, Minerals Technologies, Omya AG, Huber Engineered Materials et GCCP Resources.

[14, 15]

Chapitre 2

La Micronisation du carbonate de calcium

2.1 Définition et objectifs de la micronisation

La micronisation consiste à réduire la taille des particules de carbonate de calcium (CaCO_3) à l'échelle micrométrique ou nanométrique, généralement inférieure à 10 micro mètre, grâce à des broyeurs sophistiqués. Cette opération de réduction granulométrique vise à obtenir des particules fines dont la taille influe directement sur les propriétés optiques, rhéologiques et chimiques du matériau.

La micronisation est donc une étape essentielle dans les industries du papier, des plastiques, de la peinture et des revêtements, où la finesse du carbonate de calcium détermine la blancheur, l'opacité et la brillance du produit final.

2.2 Techniques de concassage et broyage

2.2.1 Le concassage

Définition

Le concassage constitue une étape spécifique parmi les opérations de fragmentation des solides. Il intervient dès les premières phases du traitement des matériaux, en soumettant la roche à des contraintes mécaniques localisées provoquées par des forces de contact.

Cette opération vise à réduire les blocs bruts issus de l'extraction (tout-venant) à des dimensions plus petites, généralement de quelques centimètres — afin d'en faciliter le transport, le stockage et la préparation en vue des étapes de broyage ou d'analyse ultérieures.

Types de concassage

Le concassage est réalisé à l'aide de différents types d'équipements conçus pour désintégrer les blocs de minerai en surmontant les forces de cohésion internes entre les particules. Selon le mécanisme de fonctionnement de l'appareil, la réduction de taille peut résulter de plusieurs actions mécaniques distinctes :

- **Compression** : les particules sont écrasées entre deux surfaces rigides.
- **Trituration** : les fragments sont soumis à un frottement intense.
- **Choc** : la matière est projetée contre une surface dure ou frappée brutalement.

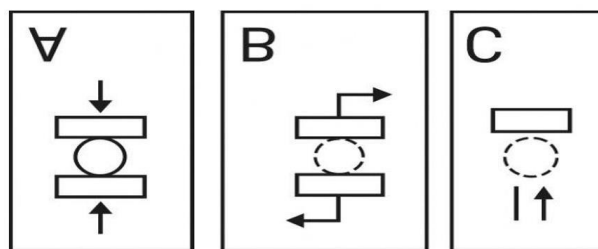


FIGURE 2.1 – Différents types de concassage

Degré de concassage et nombre d'étapes

Le processus de concassage est caractérisé par le degré de concassage ou le degré de réduction. C'est le rapport des dimensions du minerai avant et après le concassage. Ce rapport de réduction est une caractéristique quantitative du processus, indiquant de combien de fois le produit concassé a été réduit. Le degré de concassage est déterminé à l'aide des relations suivantes :

$$i = \frac{D_{\max}}{d_{\max}} = \frac{D_{\text{moy}}}{d_{\text{moy}}} \quad (2.1)$$

$$\sum_n \gamma_i D_i$$

$$D_{\text{moy}} = \frac{\sum_{i=1}^n 100}{\sum \gamma_i d_i} \quad (2.2)$$

$$n \quad \gamma_i d_i \quad (2.3)$$

$$d_{\text{moy}} = \frac{\sum_{i=1}^n 100}{100} \quad (2.4)$$

$$i = \frac{D_{80}}{d_{80}}$$

Ou :

- D_{80} : dimension des couvertures de tamis à travers laquelle passe 80% du produit initial.
- d_{80} : dimension des couvertures de tamis à travers laquelle passe 80% du produit concassé.

Principaux types de concasseurs et leur fonctionnement

Les équipements de fragmentation sont classés selon le principe mécanique dominant utilisé pour désintégrer les matériaux. Trois mécanismes principaux sont à la base du fonctionnement des machines de concassage : la compression, l'impact et l'attrition.

- **La compression** : consiste à exercer une pression sur les blocs, les forçant à se fracturer (concasseurs à mâchoires, giratoires, cylindres).
- **L'impact** : repose sur la projection des fragments contre des surfaces rigides à grande vitesse, provoquant leur éclatement.
- **L'attrition** : repose principalement sur un phénomène d'abrasion entre les particules, utilisée pour obtenir des produits très fins.

Classification des concasseurs selon le mode d'action dominant Par compression :

- Concasseurs à mâchoires
- Concasseurs giratoires
- Concasseurs à cylindres
- Concasseurs à rotors dentés

Par impact :

- Concasseurs à percussion à axe horizontal
- Concasseurs à percussion à axe vertical
- Concasseurs à cylindre de frappe

Par attrition :

- Broyeurs autogènes et semi-autogènes
- Trommels concasseurs (dans les circuits de lavage)

Critères de choix des concasseurs ou d'une chaîne de concassage

La sélection d'un concasseur ou d'une chaîne complète de concassage repose sur deux types de données principales : **les objectifs de production** et **les caractéristiques du matériau à traiter**.

Objectifs à atteindre

Avant tout, il convient de définir :

- Le tonnage à traiter, c'est-à-dire la quantité de matériau à fragmenter par unité de temps. Le degré de fragmentation recherché, qui dépend des dimensions finales souhaitées pour les produits, etc.)

Le niveau de séparation ou de libération des constituants, notamment si l'objectif est une concentration ou une valorisation granulométrique.

Propriétés de la roche ou du matériau

Le choix dépend aussi des spécificités du matériau extrait :

- Sa nature pétrographique (calcaire, granite, dolomie, etc.).
- Son abrasivité, liée à la présence de minéraux durs (quartz, feldspaths, etc.).
- Sa résistance mécanique (dureté, fragilité).
- Son taux d'humidité et la présence d'argiles ou de fines.
- La taille maximale des blocs à l'entrée du concasseur.

Enchaînement des étapes de concassage

Étant donné que chaque appareil de concassage a une capacité de réduction limitée (coefficient de réduction modéré), on a rarement recours à un seul concasseur pour tout le traitement.

Une succession d'étapes est souvent nécessaire, combinée à des systèmes de criblage permettant :

- De séparer les fractions conformes aux spécifications commerciales (granulats).
- De diriger les surdimensions vers les étapes suivantes.
- De libérer les minéraux utiles pour les étapes de pré-concentration.

On distingue ainsi plusieurs niveaux dans une chaîne de concassage :

- Concassage primaire : réduction des blocs bruts issus de l'extraction.
- Concassage secondaire : ajustement granulométrique et désagglomération.
- Concassage tertiaire voire quaternaire : affinement final en vue d'une application spécifique (micronisation, criblage fin, traitement chimique...).

Dimensionnement de l'équipement

Le choix de l'appareil (ou de la série d'appareils) se base sur deux contraintes principales :

- La taille maximale des blocs à l'entrée.
- Le débit à assurer.

Ces deux critères définissent la capacité et les dimensions de l'équipement. En pratique, l'un des deux paramètres peut imposer un surdimensionnement de l'appareil pour garantir un fonctionnement stable et continu, surtout dans un environnement industriel.

2.2.2 Le broyage

Définition

Le broyage constitue une étape de fragmentation secondaire, qui intervient généralement après le concassage. Cette opération permet de réduire davantage la taille des fragments afin de libérer les minéraux utiles des gangues ou d'atteindre une granulométrie ciblée, répondant à des spécifications précises selon l'application industrielle (peintures, charges minérales, plastiques, etc).

Le broyage peut s'effectuer selon deux modes :

- À sec, lorsqu'il s'agit de matériaux peu sensibles à la poussière ou dans des installations spécifiques ;
- En voie humide, procédé le plus courant en industrie, notamment lorsqu'un meilleur contrôle de la répartition granulométrique est requis.

Dans les procédés humides, le broyage est souvent effectué en circuit fermé, associé à des systèmes de classification comme les hydrocyclones ou les tamis vibrants, permettant un recyclage des particules non conformes et une meilleure homogénéité du produit final.

Techniques modernes du broyage

Les procédés traditionnels de micronisation reposent sur l'utilisation de broyeurs à boulets ou broyeurs à marteaux, capables de produire des particules de taille comprise entre 20 et 100 microns. Ces systèmes sont généralement associés à un classificateur à air, qui permet de contrôler la distribution des particules en éliminant les surdimensions. Les technologies plus récentes, comme les broyeurs à pendule dotés de classificateurs intégrés, offrent des performances bien supérieures en termes de finesse et d'efficacité énergétique. Elles permettent d'atteindre des distributions granulométriques très serrées, avec un D97 inférieur à 9 μm et un D50 autour de 3 μm , tout en maintenant une consommation énergétique modérée de 10 à 30 kWh par tonne traitée.

[2] [8]

2.2.3 Le criblage

Définition

Le criblage est une opération de classification granulométrique visant à séparer un matériau en différentes fractions de taille, à l'aide d'une surface perforée ou tissée (tamis ou grille). Ce procédé repose sur le passage sélectif des particules à travers les ouvertures du tamis en fonction de leur dimension.

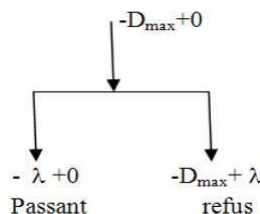


FIGURE 2.2 – Schéma de criblage simple

Types de criblage

Selon l'objectif du traitement, plusieurs types de criblage peuvent être distingués :

- Criblage indépendant : effectué pour obtenir directement un produit commercialisable selon une granulométrie donnée.
- Criblage préparatoire : destiné à trier les matériaux bruts en classes granulométriques avant

une opération de traitement ultérieur (ex. broyage ou enrichissement).

- Criblage préalable : utilisé pour éliminer les fines avant l'alimentation du concasseur, évitant ainsi de le surcharger inutilement.
- Criblage de contrôle : appliqué après le concassage pour éliminer les blocs dépassant la taille maximale prévue à la sortie.

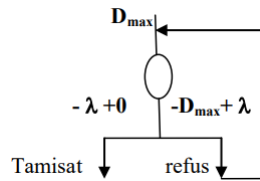


FIGURE 2.3 – Schéma montrant le criblage de contrôle (cycle fermé)

- Criblage sélectif : vise à classer des fragments de minerai contenant des minéraux utiles, selon leur taille.
- Criblage d'égouttage : utilisé dans les circuits humides pour séparer les particules solides de l'eau (déshydratation partielle).

Paramètres influençant l'efficacité du criblage

L'efficacité d'un criblage dépend de plusieurs facteurs :

- Rapport entre la taille des grains et la maille du crible : une différence bien marquée favorise une meilleure séparation.
- Vitesse de déplacement des particules sur le tamis : trop rapide, elle limite le temps de passage ; trop lente, elle cause des accumulations.
- Angle d'inclinaison de la grille : il influence la répartition du matériau et le temps de contact avec la surface.
- Humidité du matériau : l'excès d'eau peut provoquer l'agglomération des particules fines, obstruant les mailles et diminuant l'efficacité.

[2] [8]

2.3 Effet de la granulométrie sur les propriétés optiques

La réduction de la taille des particules de carbonate de calcium a un effet significatif sur l'augmentation de la pseudo-blanchéur, définie comme la capacité d'une surface à réfléchir la lumière de manière diffuse. En effet, plus la granulométrie diminue, plus la diffusion multiple des rayons lumineux est favorisée, limitant ainsi la pénétration de la lumière et réduisant les zones d'ombre et de piégeage optique. Ce phénomène entraîne une amélioration notable de la blancheur, de l'opacité et de la brillance, des propriétés essentielles dans des applications industrielles telles que les peintures, les revêtements et le papier. Plusieurs études confirment que la finesse granulométrique est directement corrélée à l'élévation de l'indice de blancheur. En particulier, une proportion élevée de particules inférieures à $10\ \mu\text{m}$ est considérée comme un critère clé pour atteindre des niveaux de blancheur élevés et stables. Ainsi, les procédés modernes de micronisation cherchent à optimiser la distribution granulométrique afin de répondre aux exigences des secteurs de pointe, notamment pour la production de papiers couchés haut de gamme et de peintures décoratives.

[1] [3] [4]

2.4 Phénomènes de colmatage et solutions techniques

Lors des procédés de micronisation, la présence de particules ultrafines engendre fréquemment des phénomènes de colmatage. Ces particules, en raison de leur grande surface spécifique et de leurs forces d'interaction interparticulaires (forces de Van der Waals, ponts capillaires, charges électrostatiques), ont tendance à s'agglomérer et à former des agrégats.

Cette agglomération réduit l'uniformité granulométrique du produit final et peut entraver l'efficacité des étapes de séparation et de classification.

Pour pallier ces limitations, plusieurs approches techniques sont recommandées :

L'utilisation de dispersants chimiques : des additifs comme les tensioactifs, agents polymériques ou agents complexant sont introduits afin de réduire les forces attractives entre les particules, améliorant ainsi la stabilité de la suspension et la fluidité des poudres micronisées.

L'optimisation des conditions opératoires : la maîtrise des conditions de broyage permet de limiter la formation d'agrégats. Un séchage efficace ou un broyage sous atmosphère contrôlée peut également contribuer à réduire l'agglomération.

Ainsi, la compréhension des mécanismes de colmatage et la mise en place de solutions adaptées constituent une étape essentielle pour garantir la performance et la qualité des produits micronisés, en particulier dans les secteurs où une finesse élevée et une blancheur homogène sont requises.

[5]

Chapitre 3

L'amélioration de l'indice de blancheur

3.1 Définition et signification de la blancheur

L'indice de blancheur est un paramètre optique normalisé qui permet d'évaluer la capacité d'un matériau à réfléchir la lumière visible de manière uniforme. Il est couramment exprimé selon différentes échelles telles que Y, L* (dans l'espace colorimétrique CIELab), ou d'autres indices définis par les normes industrielles.

Sur le plan technique, la blancheur correspond au pourcentage de lumière réfléchi par un matériau donné, comparé à celle réfléchi par une surface de référence parfaitement diffuse (généralement un blanc standard). Cette mesure est réalisée à l'aide d'un photomètre à réflectance ou d'un spectrocolorimètre, souvent à une longueur d'onde précise, définie selon l'application visée.

- **Le système CIELAB** = Une description mathématique de la couleur, proche de la perception humaine. Grâce aux mesures de couleur, l'espace colorimétrique CIELAB distingue les différences de couleur avec une précision des couleurs en utilisant trois valeurs de couleur.
- **Comment fonctionne le CIELAB ?** À l'aide d'un spectrocolorimètre, l'utilisateur mesure un objet ou un échantillon. Une lumière à l'intérieur du spectrocolorimètre est projetée sur une sphère qui éclaire l'échantillon à un angle spécifique pour une visualisation et une mesure de la couleur optimales.

Le résultat du spectrocolorimètre est la réflectance de l'échantillon (%R), c'est-à-dire la quantité de lumière réfléchi à chaque longueur d'onde du spectre visible (normalement de 400 nanomètres (nm) à 700 nm). Les données %R sont converties en un ensemble de valeurs qui tiennent compte de la source d'illumination et de la fonction spécifique de l'observateur standard. Ces valeurs sont ensuite converties en un ensemble de valeurs L*a*b* spécifiques à la lumière.

[8]

3.2 Méthodes de mesure (Y, L, CIELab)

La blancheur du carbonate de calcium est mesurée selon des normes précises établies par des organismes internationaux tels que l'ISO et la CIE (Commission Internationale de l'Éclairage). Le matériau de référence utilisé pour calibrer les appareils est un disque de sulfate de baryum, reconnu pour ses propriétés de réflexion quasi-parfaite. Historiquement, la mesure s'effectuait sur l'échelle Y, définie dès 1931 par la CIE, où Y représente le facteur d'éclat, c'est-à-dire la capacité du matériau à réfléchir la lumière visible.

Cette méthode utilisait un photomètre à réflectance photoélectrique capable de capter la lumière réfléchi à une longueur d'onde spécifique.

Aujourd'hui, l'échelle L*, issue du système CIELab (standardisé en 1976 par la CIE), est de plus en plus adoptée par les producteurs de carbonate de calcium. Cet espace colorimétrique a été conçu pour mieux représenter la perception humaine de la couleur et des contrastes de blancheur. Les instruments modernes permettent de mesurer simultanément les indices L et Y.

[8]

L'indice de blancheur CIE (WIC) est défini par l'équation suivante :

$$WI = Y + 800 (x_n - x) + 1700 (y_n - y)$$

[6]

Où :

- Y : facteur de luminance (%) de l'échantillon,
- x, y : coordonnées chromatiques de l'échantillon,
- x_n, y_n : coordonnées du blanc de référence (ou $x_n = 0,3183$ ET $y_n = 0,3249$).

3.3 Facteurs influençant la blancheur

La blancheur du carbonate de calcium dépend fortement de la pureté chimique, de la granulométrie et du traitement appliqué au matériau. Plusieurs éléments présents dans la roche peuvent altérer sa capacité à réfléchir la lumière de façon homogène.

3.3.1 Présence d'impuretés colorantes

Les principaux agents de décoloration sont :

- Les oxydes de fer (Fe_2O_3), généralement présents sous forme d'hématite ou de goëthite, qui donnent une teinte rougeâtre ou brunâtre au produit final.
- Le manganèse (Mn), souvent associé au fer, accentue les colorations sombres.
- Les matières organiques, fréquemment piégées dans la roche sédimentaire, qui noircissent le carbonate après broyage ou chauffage.

La teneur en Fe_2O_3 est l'un des facteurs les plus sensibles dans l'évaluation de la blancheur industrielle du CaCO_3 naturel.

3.3.2 Granulométrie

La taille des particules joue un rôle majeur dans le comportement optique du carbonate de calcium. Des particules plus fines permettent une meilleure diffusion de la lumière et réduisant les zones d'ombre ou les effets de transparences interne, améliorant ainsi l'indice de blancheur global.

3.3.3 Traitements thermiques ou chimiques

Des procédés comme le lavage acide, la calcination contrôlée ou la flottation permettent de réduire les teneurs en impuretés : Le traitement thermique peut favoriser l'oxydation ou la volatilisation des composés organiques.

Le traitement chimique, à l'aide d'acides (ex. acétique, oxalique) ou de complexant (ex. EDTA), permet la dissolution sélective des oxydes métalliques.

3.3.4 Composition élémentaire typique

Le carbonate de calcium utilisé industriellement est une roche très pure, contenant :

- CaO : élément principal responsable de la blancheur.
- Fe_2O_3 : pigmentant, à limiter autant que possible.
- SiO_2 et Al_2O_3 : contribuent à l'abrasivité du produit.

[8] [5] [7]

3.4 Exigences selon les domaines

Le carbonate de calcium (CaCO_3) est utilisé dans de nombreuses industries où sa blancheur, sa granulométrie et sa pureté chimique déterminent directement sa qualité et son adéquation. Les seuils requis varient fortement selon les secteurs.

3.4.1 Industrie du papier

Dans la fabrication du papier, le CaCO_3 agit à deux niveaux :

- Comme charge : il comble les interstices entre les fibres de cellulose, augmentant l'opacité et réduisant les coûts.
 - Comme agent de couchage : il est appliqué en surface avec un liant pour améliorer l'imperméabilité et le rendu final.
- La teneur en carbonate dans le papier peut atteindre 30 à 40% dans les produits hauts de gamme.

3.4.2 Peintures et revêtements

Le carbonate de calcium est utilisé pour remplacer partiellement le dioxyde de titane, réduisant ainsi les coûts sans altérer l'opacité.

Il favorise la dispersion des pigments et améliore le pouvoir couvrant.

Blancheur W : 85 à 95 .

Indice de jaunissement (YI) : 1,5 à 4,5

Distribution granulométrique : 97 % < 25 μm 20–50 % < 2 μm 2 à 6 μm (moyenne)

Pour les peintures haut de gamme, un traitement de surface à l'acide stéarique est souvent appliqué, permettant d'atteindre :

Blancheur : 93 à 95

Taille moyenne : 0,7 μm 90 % des particules < 2 μm

3.4.3 Secteur pharmaceutique

Dans l'industrie pharmaceutique, le carbonate de calcium est utilisé comme excipient, agent abrasif doux (dentifrices) ou supplément calcique.

Il doit présenter une pureté extrêmement élevée pour éviter toute toxicité ou interférence chimique.

3.4.4 Plastiques et caoutchoucs

Dans ce domaine, le CaCO_3 est incorporé aux polymères sous forme de « compound » pour améliorer la résistance mécanique, l'opacité, la finition de surface et réduire les coûts.

Il est souvent traité en surface (acide stéarique) pour améliorer l'adhésion à la matrice polymère.

Spécifications types :

- Blancheur W : 85 à 90
- Distribution granulométrique :
 - 99,5 % < 44 μm
 - 10% < 1 μm
- Moyenne : 5 à 7 μm

3.4.5 Mastics et enduits

Le carbonate de calcium est utilisé comme charge minérale, influençant la viscosité, la texture et la blancheur finale du mastic ou de l'enduit.

Spécifications courantes :

- Blancheur W : 85 à 95
 - Jaunissement (YI) : 1,5 à 4,5
 - Granulométrie : 97 % < 25 μm 20 – 50 % < 2 μm
Moyenne : 2 à 6 μm
- [9] [8]

Partie 2

Partie

expérimentale

Chapitre 4

Identification du gisement de Djebel El Madjène

4.1 Introduction

La connaissance de la situation géographique d'un gisement est une étape primordiale dans toute étude géologique ou minière. Elle permet de caractériser le cadre naturel dans lequel se trouve le dépôt, d'identifier les contraintes d'accessibilité, ainsi que les éventuels impacts environnementaux. Le présent chapitre est consacré à la présentation détaillée du gisement de Djebel El Madjène, localisé dans la région de Constantine, en Algérie. Sont abordés : la topographie du site, les conditions climatiques, l'hydrologie, la couverture végétale ainsi que les accès routiers et infrastructures environnantes. [8]

4.2 Situation géographique du gisement

4.2.1 Localisation du site

Djebel El Madjène est administrativement rattaché à :

4.2.1.1 **Nom du site** : Djebel El Madjène

4.2.1.2 **Commune** : Ouled Rahmoun

4.2.1.3 **Daïra** : Ain Abid

4.2.1.4 **Wilaya** : Constantine

Le site, lieu-dit : Djebel El Madjène, d'une superficie de **130 ha**, scindé en **2 secteurs**, délimité par deux polygones à huit côtés et 10 côtés, est situé sur la carte topographique **d'El Khroub N° 97 à 1/50 000**.

[8]

4.2.2 Réseau hydrographique, géomorphologie et couverture végétale

Le relief est partiellement accidenté. Le point culminant à 1103 m est situé près du site. Le drainage de la région se fait par l'Oued Mehri de direction Est-Ouest. Le terrain, dans sa majeure partie, est dénudé, sans végétation. L'ensemble de la région est fortement vallonné, parcouru par de petits tributaires de ces oueds.

4.2.3 Climat de la région

Il est de type continental, caractérisé par un été chaud et sec, un hiver froid et pluvieux. L'apport annuel des précipitations est en moyenne de 600 à 650 mm. Les vents dominants sont généralement de direction SE-NW.

[8]

4.3 Contexte géologique du gisement

4.3.1 Géologie régionale

La région d'El Khroub est située au centre d'un bassin Néogène lacustre au Nord-Ouest de la feuille, où l'altitude varie entre 575 et 800 m.

A l'exception de quelques escarpements de calcaires pliocènes et de grès Oligocènes, la topographie est plate.

Sur la moitié Nord-Est de la feuille, le massif calcaire d'Oum Settas (Montagne noire), s'élève brusquement jusqu'à 1180-1326 m, point culminant de la feuille. Le revers sud-est de cette montagne est formé de champs de Lapiés du céno-manien, plongeant sous le Néogène du bassin d'Ain Abid.

La profondeur des vallées dépasse à peine 50 m. Au Sud du bassin d'Ain Abid, les hautes collines,

formées surtout par l'E'ocène, montent jusqu'à 1167 m. L'extrême Sud de la feuille représente la marge du massif calcaire Fortass-Guerioun, s'étendant vers le Sud, sur la feuille d'Ain fakroun. Au Sud du Khroub, l'Oued Bou Merzoug reçoit de l'Est, l'Oued berda, dont le bassin comprend la majeure partie du bassin d'Ain Abid.

Le territoire d'étude fait partie de la région de Constantine, appartenant à un domaine plissé de l'Atlas Tellien. Il est associé à la zone des hauts plateaux Constantinois. Entre les roches carbonatées, les calcaires occupent une place essentielle dans la coupe des dépôts participant dans la composition géologique de la région. Ils se rencontrent dans les dépôts jurassiques, crétacés, éocènes et néogènes. Ils sont représentés par certaines variétés, dont les calcaires cristallins purs, variétés dolomitisées, siliceuses, phosphatées et bituminées.

Les calcaires sont en général d'origine marine, à l'exception des calcaires du pliocène, qui sont de type lagunaire. Les calcaires rapportés au Cénomanien constituent de grands massifs (Felten, Sekoum, ouled Sellam, Groum, Oum-Settas. . .). Ce sont des calcaires chimiquement purs, cristallins, compacts, encaissant souvent des bancs de dolomies, ayant un intérêt pratique (production de carbonate de calcium, chlorure de chaux, granulats, sables de carrière).

4.3.2 Stratigraphie du site

La nappe néritique constantinoise correspond à l'essentiel des reliefs calcaires de la feuille de Constantine à 1/ 200 000. Les affleurements les plus importants correspondent aux DJ. Grouz, Friktia, Garnchouf, Zouaoui, Felten, Oum Settass, Mazela et Djaffa, aux reliefs isolés de la plaine de Teleghma, aux monts d'Ain M'lila, avec à l'ouest l'ensemble Galate Oued Sellam, Nif N'ser et à l'Est l'ensemble Guérioune Fortas. La série néritique surmonte les calcaires sub récifaux et marno- calcaires albiens.

4.3.2.1 Argiles miocènes à blocs

De rares affleurements de marnes jaunes à microfaunes remaniées reposent stratigraphiquement sur la série néritique Constantinoise au Sud du Djebel Fortas.

4.3.2.2 Sénonien transgressif

Les affleurements septentrionaux de la nappe néritique Constantinoise possèdent une ouverture Sénonienne transgressive. La plus diversifiée existe au rocher de Constantine. Le Sénonien débute par une discordance de ravinement et des niveaux d'allure microbréchique ayant, 20 m de calcaires noires, micritiques à silex noir.

4.3.2.3 Turonien

Le Turonien est présent au sommet du rocher de Constantine, mais ne peut être séparé par cartographie du Cénomanien supérieur. Il est bien individualisé au niveau de Djebel Oum Settass. Ce sont des calcaires rubanés à rudistes, d'une épaisseur de 180 m. Il est représenté par des calcaires récifaux blanchâtres et calcaires à débris très cristallins, parfois oolithiques (250 m). Des rudistes en place forment des tables et trottoirs.

4.3.2.4 Cénomanien

Le Cénomanien calcaire est connu dans les Djebel Grouz, Felten Zouaoui Friktia Karkara, Oum Settass, Mazela et Djaffa. Cette formation atteignant 250 à 700 m d'épaisseur, débute par des calcaires massifs à rudistes, cristallins blanchâtres. L'ensemble de la série ne dépasse pas la centaine de mètres.

4.3.2.5 Albien-Vraconien

L'albien correspond à la seule rive visible de la série et ses niveaux marneux sont généralement encroûtés. Seuls sont observés des bancs de calcaires noirs grumeleux à rognons. Ce sont surtout des calcaires à bélemnites et rudistes. Ces couches se terminent par un niveau conglomératique, à élément calcaire et à gangue marneuse. L'ensemble de la série ne dépasse pas la centaine de mètres.

4.3.2.6 Aptien

L'Aptien débute en général par 50 m de calcaires massifs en gros bancs qui ont été rencontrés, notamment, aux Djebel Oum Settas et Friktia. C'est une association caractéristique du Bedoulien. Au-dessus, la série se poursuit par 100 à 200 m de calcaires micritiques noires, très riches en miliolites, cristallins et calcaires à grains fins, avec des algues calcaires, des coraux, huîtres et débris de rudistes.

4.3.2.7 Barrémien

Au Djebel Karkara, le Barrémien fait suite en continuité aux calcaires à silex d'âge Hauterivien et correspond à une puissante série calcaro-dolomitique de 250 à 300 m. Au Djebel Oum Settas, affleurent des calcaires à débris et à oolites avec *Orbitolina conoida* (dépassant 40 m).

4.3.2.8 Hauterivien

A l'extrémité Nord-Ouest du Dj. Oum Settas, affleurent des calcaires et marnes, attribués à l'hauterivien. Au sommet, s'observent des marnes schisteuses noirâtres et gris-verdâtres (22 m), terminés par un mince niveau de marnes concessionnaires à fossiles. Les marnes contiennent des oursins et une faune de foraminifères rares. Au-dessous, viennent des calcaires compacts gris foncé en bancs épais, à intercalations de calcaires à débris d'organismes (40 m), séparés des calcaires sous-jacents par une mince couche marneuse verdâtre. A la base de l'étage, existent des calcaires compacts lités en bancs épais, gris foncés avec quelques intercalations plus marneuses.

4.3.2.9 Valanginien

A l'extrémité Nord-Ouest du Dj. Oum Settas, des calcaires compacts gris clair, parfois versicolores, en bancs de 25 à 45 cm, attribués au Valanginien (15 m)

4.3.2.10 Néocomien carbonaté

Au Djebel Friktia et Karkara, le Néocomien débute au-dessus d'un hard-ground par des niveaux à Calpionelles de la limite des Berriasien-Valanginien. L'épaisseur de ces niveaux ne dépasse pas 50 m.

Ce sont des calcaires fins et des marnes roses ou jaunâtres à Ammonites.* Le Néocomien se poursuit par 150 m de calcaires à silex aux DJ. Guerrioun et Fortas. Le Néocomien est carbonaté (250-300 m) à alternance calcaro-dolomitique. Jurassique supérieur carbonaté.

4.3.2.11 Le Jurassique supérieur

Existe au lieu-dit Karkara. Il s'agit de dolomies noires surmontées par une barre de 90 à 100 m de calcaires massifs.

4.3.2.12 Trias calcaire-dolomitique

Le Trias affleure en plusieurs pointements dans différentes parties de la feuille Le Trias jalonné de nombreux contacts anormaux entre diverses unités Telliennes, absent à la limite entre les unités les plus basses et la nappe néritique Constantinoise.

[8]

4.3.3 Aspects tectoniques

La région présente une tectonique chaotique La région se situe dans une zone où viennent fusionner deux domaines :

- Celui des chaînes telliennes,
- Celui des hautes plaines constantinoises.

Le domaine tellien est caractérisé par une tectonique de couverture (sédiments marneux formés en mer profonde, sur un socle profond. La direction des plis est E-W). Le domaine des hautes

plaines est marqué par une tectonique de revêtement (sédiments néritiques moins épais que dans l'Atlas tellien et saharien, plis rigides, simples avec de grandes fractures verticales de direction SW-NE, comme dans l'Atlas saharien). Dans la région structurale constantinoise, on distingue :

- Une tectonique des terrains anté-miocène (phase pyrénéenne) ;
- Une tectonique des terrains du Miocène (phases alpine).

La partie septentrionale de la feuille est dominée par l'anticlinal d'Oum Settas, dont le noyau Néocomien affleure à l'extrémité NW, en contact par failles avec le mio-pliocène.

4.3.4 Géologie locale du Djebel El Madjène

Le site de Dj. El Madjène constitue le prolongement vers l'Ouest de M'Zaret El Maize.

Le massif de DJ. El Madjène est constitué par des formations du Crétacé supérieur, représentées par le Cénomanién et le Turonien.

La base du Cénomanién est formée par des lits de calcaires bien lités, parfois de teinte brunaître à grains fins, alternant avec des couches marneuses. Les marnes disparaissent plus haut dans la série. Les calcaires deviennent plus épais et les couleurs plus claires. Les calcaires sont compacts, durs, solides, de morphologie massive. L'épaisseur apparente de la couche est de 60 m. Cette formation se poursuit vers l'Ouest. Tandis que celle du Turonien est représentée par des calcaires récifaux et calcaires à débris très cristallins, parfois oolithiques.

La limite stratigraphique avec le turonien calcaire a pu être déterminée à l'aide de rudistes en un point seulement dans l'oued Guenguit, au centre du Djebel Oum Settas. Au Djebel Mazela, le cénomanién est représenté par des calcaires identiques, mais lités, avec les mêmes fossiles (approximativement 250 m).

Près de la bordure méridionale de la feuille d'El Khroub, le cénomanién est représenté par des calcaires lités à huîtres, algues calcaires, coraux et *Orbitolina lenticularis* (100 m). Ce sont des calcaires compacts, gris ou des microbrèches à Miliolites. Dans la partie supérieure de cet étage, on trouve une intercalation marneuse fossilifère à *Alectryonia rectangularis*, *pecten* sp., gastéropodes de grande taille et huîtres.

Au Dj. Mazela et près d'Ain Hadjar, le Vraconien-Albien est constitué de marnes et marno-calcaires glauconieux, légèrement phosphatés (25 m), fossilifères au sommet. Ces couches sont terminées par un mince niveau conglomératique, à éléments calcaires et gangue marneuse.

Le vraconien-Albien est représenté au Djebel settas par une intercalation marneuse d'environ 1,50 m. Dans la partie Ouest de Dj. Oum Settas, et au DJ. Mazela, l'Aptien comprend des calcaires fins à miliolites, des marno-calcaires et marnes verdâtres à *Orbitolina discoidea*-*Conoidea*, de grandes huîtres plates, Briozoaires, algues et coraux, *Terebratula* sp. et *Rhynchonella* sp. (Approximativement 300 m).

Dans la partie Sud de la feuille, l'Aptien est représenté par la série suivante : au sommet, des marnes et marno-calcaires, avec des niveaux à oolithes ferrugineuses et orbitolines très nombreuses (20 m). En dessous, apparaissent des calcaires microbrèches, calcaires à miliolites, calcaires cristallins et calcaires à grains fins, avec des algues calcaires, coraux, huîtres et rudistes.

A l'extrémité Nord-Ouest de Djebel Oum Settas, affleurent des calcaires à débris et oolithes, à *Orbitolina conoidea* (dépassant 40 m).

Chapitre 5

Matériel et méthodes

5.1 Introduction

Ce chapitre expose de manière détaillée l'ensemble des équipements, matériaux, et procédures expérimentales mis en œuvre dans le cadre du processus d'enrichissement du carbonate de calcium (CaCO_3) issu du gisement de Djebel El Madjène (wilaya de Constantine). L'objectif principal est d'améliorer la blancheur de ce minéral et avoir une granulométrie ultrafine qui convient pour des applications à valeur ajoutée telles que la cosmétique ou la pharmacie.

5.2 Origine et préparation de l'échantillon

5.2.1 Origine géologique de l'échantillon :

L'échantillon étudié provient du gisement de Djebel El Majdene situé dans la région de Constantine, réputé pour ses formations rocheuses carbonatées sédimentaires. Ce gisement se compose principalement de calcaires durs riches en calcium, qui sont extraits principalement pour la production de carbonate de calcium industriel. La collecte des échantillons a été réalisée directement sur le site, en tenant compte de l'hétérogénéité lithologique observable à l'œil nu. Plusieurs fragments rocheux ont été prélevés de manière représentative sur différentes zones du front de taille. L'échantillon brut prélevé se présente sous forme de fragments rocheux de teinte blanche à beige clair, avec des nuances grisâtres par endroits dues à la présence d'impuretés minérales, notamment les oxydes de fer et les argiles. La surface est généralement irrégulière et rugueuse, témoignant d'une structure cristalline massive, compacte et faiblement poreuse.



FIGURE 5.1 – Des blocs de CaCO_3 prélevés du gisement de Djebel El Majdene.

5.2.2 Préparation initiale de l'échantillon

Les échantillons bruts ont été soumis à un traitement préliminaire d'homogénéisation au laboratoire afin de sécuriser l'homogénéisation du matériau avant traitement. Cette phase comprend :

- Séchage à l'air libre pendant 48 h pour éliminer l'humidité naturelle ;
- Concassage préliminaire par le concasseur à mâchoires, visant à réduire la taille des blocs à des dimensions inférieures à 5 cm.
- Homogénéisation et prélèvement par quartage, pour avoir une masse représentative de 1 à 4 kg à soumettre aux expérimentations suivantes.

5.3 Matériels et équipements utilisés

5.3.1 Concasseur à mâchoire

Le concassage secondaire a été effectué avec un autre concasseur à mâchoires, modifié pour les roches dures. Il permet une diminution granulométrique supérieure ou égale à 1.5 mm

1. Mesures de sécurité appliquées

- Mise en marche possible seulement sous contrôle direct.
- Vérification du manque de corps étrangers (métaux, outils) dans le bac d'alimentation.
- Utilisation obligatoire d'un masque anti poussière et de protections auditives en raison d'un bruit généré (>85 dB).
- Nettoyage et purge systématique de la machine après chaque utilisation afin d'éviter toute contamination croisée entre les échantillons.

En résumé, cette étape de concassage permet d'obtenir un matériau préparé et conditionné mécaniquement pour les étapes de micronisation, de purification chimique, et d'analyse granulométrique.

5.3.2 Tamiseur

Après avoir réalisé un concassage primaire et secondaire du carbonate de calcium, nous avons obtenu un matériau présentant une granulométrie supérieure ou égale à 1,5 mm.

Afin de réduire davantage la taille des particules et d'obtenir une fraction plus homogène, nous avons procédé à une opération de tamisage.

Le tamisage que nous avons effectué repose sur le principe de séparation des particules selon leur taille à l'aide de tamis à mailles calibrées.

Le matériau est agité mécaniquement de manière à ce que les particules plus petites que les ouvertures du tamis puissent les traverser, tandis que les plus grosses sont retenues.

1. Préparation de l'échantillon

Le matériau concassé a été soigneusement pesé et homogénéisé avant d'être introduit dans le tamiseur.

2. Choix des tamis

Plusieurs tamis ont été testés afin de déterminer celui qui . (Après essais, nous avons constaté que le tamis de 1,25 mm était le plus adapté à nos échantillons).

3. Mise en marche du tamiseur

Un tamiseur mécanique a été utilisé, sur lequel nous avons placé le tamis sélectionné. L'échantillon a été tamisé pendant quelques minutes pour assurer une bonne séparation, un tamisage manuel a ensuite été réalisé ; cette étape, bien que plus rapide, n'a pas nécessité beaucoup de temps.

4. Résultats

Cette étape nous a permis de déterminer la plage granulométrique du produit issu du concasseur secondaire.



FIGURE 5.2 – Tamiseur mécanique



FIGURE 5.3 – Tamisage manuel

5.3.3 Échantillonneur rotatif

Suite à l'étape de tamisage, nous avons procédé à l'étape d'échantillonnage afin d'obtenir des quantités représentatives de la poudre de carbonate de calcium pour une analyse plus approfondie. À cet effet, nous avons utilisé un échantillonneur rotatif de la marque Retsch PT100, qui est un appareil performant permettant une distribution homogène du matériau pulvérulent.



FIGURE 5.4 – Système d'échantillonnage employé.

- **Principes de l'échantillonnage rotatif**

Le principe repose sur la distribution centrifuge. La poudre est introduite dans une trémie centrale et est ensuite, à l'aide d'un mécanisme rotatif, répartie uniformément dans plusieurs flacons disposés en cercle autour du rotor. Cette méthode permet de minimiser les biais d'échantillonnage et d'obtenir des sous-échantillons homogènes.

- **Étapes de l'opération**

1. **Préparation de l'appareil** Nous commençons par fixer les flacons de collecte propres et secs sur l'échantillonneur. Il est indispensable de contrôler leur équilibrage pour éviter tout déséquilibre lors de la rotation.
2. **Chargement de l'échantillon** Il s'agit de remplir la trémie centrale de poudre tamisée en veillant à ne pas dépasser la V_{max} .
3. **Réglage et mise en marche** Régler la vitesse de rotation et la durée de fonctionnement. Après avoir démarré l'appareil, la poudre est automatiquement répartie entre les différents flacons.
4. **Récupération des échantillons** On procède alors à la récupération des flacons. L'un d'eux est choisi de façon aléatoire ou suivant une méthode définie, afin de constituer l'échantillon final qui servira pour les analyses (MEB, centrifugation, micronisation, granulomètre laser. . . etc).

Grâce à cette méthode, on a pu garantir que les échantillons prélevés soient fidèles à la composition globale du lot broyé, assurant ainsi la fiabilité des résultats obtenus lors des étapes analytiques suivantes.

5.3.4 Étuve

Séchage préalable des échantillons

Avant la phase du broyage fin, on a procédé à un séchage préalable des échantillons dans une étuve ventilée afin d'éliminer toute trace d'humidité susceptible de fausser les résultats d'analyse ou d'altérer l'efficacité de la séparation. Les échantillons ont été maintenus à une température constante de 105°C pendant environ 24 heures. Ce traitement thermique permet :
D'obtenir une poudre parfaitement sèche,

- De faciliter la dispersion des particules lors de la mise en suspension,
- De garantir la stabilité du produit pour les étapes ultérieures.



FIGURE 5.5 – Étape de séchage du carbonate de calcium dans une étuve

5.3.5 Broyeur planétaire

Après toutes les étapes précédentes qu'on a réalisées, le matériau est encore trop grossier pour les exigences de pureté, de finesse et de réactivité attendues dans les domaines cosmétiques et pharmaceutiques. Une micronisation fine est donc indispensable pour :

- Augmenter la surface spécifique,

- Faciliter la dispersion des impuretés,
- Optimiser l'efficacité du traitement chimique,
- Et obtenir un produit final à granulométrie ultrafine.

Cette opération a été réalisée à l'aide d'un broyeur planétaire de haute performance.

- **Appareil utilisé**



FIGURE 5.6 – Broyeur planétaire à billes RETSCH PM 100 utilisé pour la micronisation du carbonate de calcium.



FIGURE 5.7 – Vue du bol de broyage et des billes en acier de tailles différentes utilisés dans le broyeur planétaire RETSCH PM 100.

- **Principe de fonctionnement**

Le broyeur planétaire est basé sur un double mouvement :

— Le bol est mis en rotation autour de son propre axe, tout en étant entraîné en rotation autour de l'axe central de la machine (mouvement planétaire).

Cette action conjuguée des mouvements transmet une énergie cinétique très forte aux billes et aux matériaux à broyer. Les instruments de broyage (billes) entrent en franche collision avec le matériau à broyer et dispersent ses constituants en fines particules. Le broyage s'effectue à sec, c'est-à-dire sans adjonction de solvant, pour éviter une perturbation de l'échantillon et faciliter les analyses granulométriques réalisées sur la poudre obtenue. Pour avoir une poudre fine et homogène et pour ne pas surchauffer l'échantillon :

— Des pauses de 5 minutes ont été intégrées toutes les 15 minutes de broyage.

— Le rapport poids billes/échantillon est maintenu à 3 :1, nous avons mis dans les bols 3 fois le poids d'échantillon, en billes, pour que le broyage soit efficace mais pas trop pour ne pas colmater les billes.

5.3.6 Prétraitement par ajout d'acide stéarique

Un colmatage, se manifestant par une accumulation de produit sur les parois et les billes, a été observé après 45 minutes de broyage, entravant son bon déroulement. La solution retenue a été l'ajout d'une faible quantité d'acide stéarique (= 0,1 - 2 % masse). Ce dernier, en tant qu'agent lubrifiant et dispersant, réduit les forces d'adhésion, empêchant ainsi la ré-agglomération et le

colmatage.

- **Principe d'action**

L'acide stéarique est un acide gras saturé ($C_{18}H_{36}O_2$) qui modifie la surface. Il fixe les particules de carbonate de calcium et forme une mince couche hydrophobe, ce qui évite l'agrégation des grains et leur adhérence aux parois du broyeur. Ce traitement permet un broyage à sec plus aisé, une meilleure dispersion, et assure un rendement plus constant.

- **Méthodologie adoptée**

1. **Pesée de l'acide stéarique**

On a pesé une quantité correspondant à environ ($\approx 0,1\% - 2\%$) de la masse totale de l'échantillon.

2. **Pré-mélange**

L'acide stéarique a été introduit dans l'échantillon sec de $CaCO_3$. On a homogénéisé le tout manuellement à l'aide d'un mortier pour assurer un bon contact entre l'agent de surface et les grains minéraux.

3. **Résultat immédiat**

Lors du broyage, on a observé une nette réduction du colmatage : la matière ne s'agglomère plus, le broyage était plus fluide, et la poudre obtenue était fine et bien dispersée.

- **Limite observée : hydrophobie indésirable**

Cependant, ce traitement a également provoqué un effet secondaire notable : l'échantillon est devenu hydrophobe lors de l'utilisation de concentrations de ($2\%, 0,5\%$ et $0,3\%$) de l'acide. Cette modification de surface a posé un problème dans certaines étapes analytiques ou physico-chimiques nécessitant un bon mouillage de la poudre par des liquides aqueux (notamment lors de la préparation pour l'Analyse granulométrique par diffraction laser par voie humide).

Cette hydrophobie, bien que bénéfique pour le broyage, a nécessité une adaptation des conditions expérimentales ultérieures, notamment l'utilisation de surfactants compatibles pour rétablir une bonne dispersibilité en milieu liquide.

5.3.7 Granulomètre laser

Analyse granulométrique par diffraction laser

- **Principe général**

Pour déterminer la distribution granulométrique de nos échantillons, on a utilisé la méthode de diffraction laser, une technique rapide et précise qui repose sur la mesure de l'angle et de l'intensité de la lumière diffusée par les particules en suspension. Plus les particules sont fines, plus l'angle de diffraction est grand. Ce principe nous a permis d'estimer les tailles des particules dans une large plage allant de quelques nanomètres à plusieurs centaines de microns.

- **Appareil utilisé**

Cette analyse a été effectuée avec un granulomètre laser FRITSCH – ANALYSETTE 22 NeXT, doté d'une unité de dispersion en milieu humide. Cet appareil nous a permis de répartir les particules de carbonate de calcium dans l'eau distillée pour prévenir l'agglomération et assurer une mesure fiable.



FIGURE 5.8 – Appareil de granulométrie laser FRITSCH – ANALYSETTE 22 NeXT utilisé pour l'analyse de la distribution granulométrique du carbonate de calcium.

• Étapes de l'analyse

1. Préparation de la suspension :

On a prélevé une petite quantité de l'échantillon broyé, qu'on a ensuite dispersée dans de l'eau distillée. Une agitation mécanique assurée par l'appareil.

2. Débullage et homogénéisation :

Avant la mesure, on a laissé le système fonctionner quelques minutes pour éliminer les bulles d'air et homogénéiser la suspension.

3. Réglage des paramètres :

On a défini les paramètres d'analyse : indice de réfraction du matériau, modèle mathématique de calcul (Mie ou Fraunhofer), densité, viscosité du liquide de dispersion, etc.

4. Mesure par diffraction laser :

Une fois l'échantillon bien dispersé, l'appareil a dirigé un faisceau laser à travers la suspension. La lumière diffusée par les particules a été captée par des capteurs placés à différents angles.

5. Analyse des données :

Le logiciel intégré a interprété les signaux pour calculer la distribution des tailles de particules, que ce soit en volume ou en surface, et a fourni des résultats sous forme de courbes et tableau

5.3.8 Microscope Électronique à Balayage (MEB)

L'appareil utilisé est un Microscope Électronique à Balayage (MEB) équipé d'un détecteur EDS pour obtenir à la fois l'image de la surface (MEB) et la composition chimique (EDS), une combinaison standard en caractérisation des matériaux.

L'analyse a été réalisée sur un échantillon broyé sans acide stéarique.



FIGURE 5.9 – Microscope Électronique à Balayage (MEB)

Chapitre 6

Résultats et discussion

6.1 Interprétation des résultats obtenus du MEB

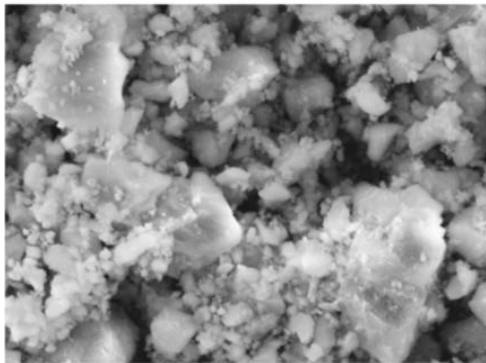
L'appareil utilisé est un Microscope Électronique à Balayage (MEB) équipé d'un détecteur EDS pour obtenir à la fois **l'image de la surface (MEB)** et **la composition chimique (EDS)**, une combinaison standard en caractérisation des matériaux. Les résultats obtenus sont donnés ci-dessous d'un échantillon broyé sans acide :

6.1.1 Interprétation de la Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

Les images obtenues par MEB fournissent une validation visuelle directe des phénomènes physico-chimiques déduits de nos mesures granulométriques et optiques. L'analyse a été réalisée sur un échantillon broyé sans acide stéarique.

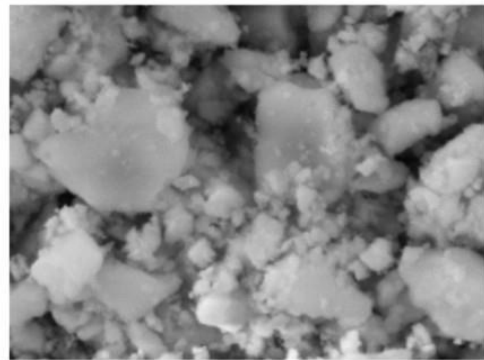
1. Morphologie des Particules

Sem_SED_008



Signal SED
Landing Voltage 15.0 kV
WD 12.6 mm
Magnification x5,000
FOV 25.44 x 19.05 µm
Probe Current Mode Std.-PC
Scan Rotation 0.0°
Vacuum Mode HighVac.

Sem_SED_009



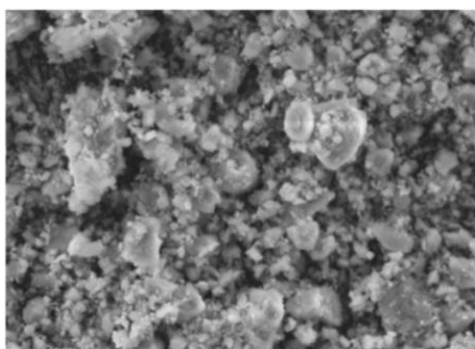
Signal SED
Landing Voltage 15.0 kV
WD 12.6 mm
Magnification x10,000
FOV 12.72 x 9.53 µm
Probe Current Mode Std.-PC
Scan Rotation 0.0°
Vacuum Mode HighVac.

FIGURE 6.1 – Résultats MEB (x10000 et x5000)

À fort grossissement (x5,000 et x10,000), les particules de carbonate de calcium apparaissent de forme angulaire, irrégulière et polyédrique. Cette morphologie est caractéristique d'une fracturation mécanique (broyeur à impact) où le matériau se brise le long de ses plans de clivage. Les bords vifs et les angles prononcés créent une grande surface spécifique et des points de contact potentiels.

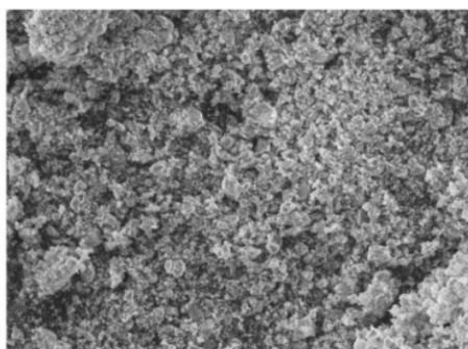
1. Validation du Phénomène de Ré-agglomération

Sem_SED_007



Signal SED
Landing Voltage 15.0 kV
WD 12.6 mm
Magnification x2,000
FOV 63.60 x 47.63 µm
Probe Current Mode Std.-PC
Scan Rotation 0.0°
Vacuum Mode HighVac.

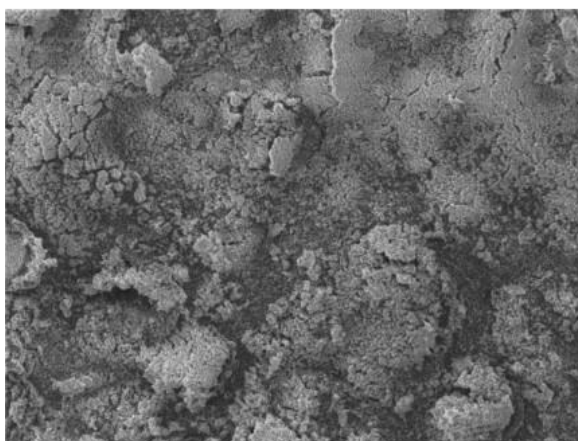
Sem_SED_005



Signal SED
Landing Voltage 15.0 kV
WD 12.6 mm
Magnification x500
FOV 254.4 x 190.5 µm
Probe Current Mode Std.-PC
Scan Rotation 0.0°
Vacuum Mode HighVac.

FIGURE 6.2 – Résultats MEB (x2000 et x500)

Sem_SED_004



Signal SED
Landing Voltage 15.0 kV
WD 12.7 mm
Magnification x100
FOV 1.272 x 0.953 mm
Probe Current Mode Std.-PC
Scan Rotation 0.0°
Vacuum Mode HighVac.

FIGURE 6.3 – Résultats MEB (x100)

Les images révèlent la présence de nombreux agglomérats et d'agrégats secondaires. On distingue clairement des particules individuelles (fines) qui sont collées les unes aux autres, formant des structures plus grandes (x2000, x500 et x100). Cette observation est la preuve visuelle du phénomène de réagglomération (ou surbroyage) identifié dans nos essais sans acide. La forme angulaire des particules augmente les forces de cohésion qui les lient fermement.

6.1.2 Interprétation de l'Analyse par Spectroscopie à Rayons X à Dispersion d'Énergie (EDS)

L'EDS permet d'analyser la signature chimique du CaCO₃ broyé. Cette technique mesure les pics d'énergie X émis par les atomes après excitation par le faisceau d'électrons du MEB, identifiant la nature et la quantité des éléments présents.

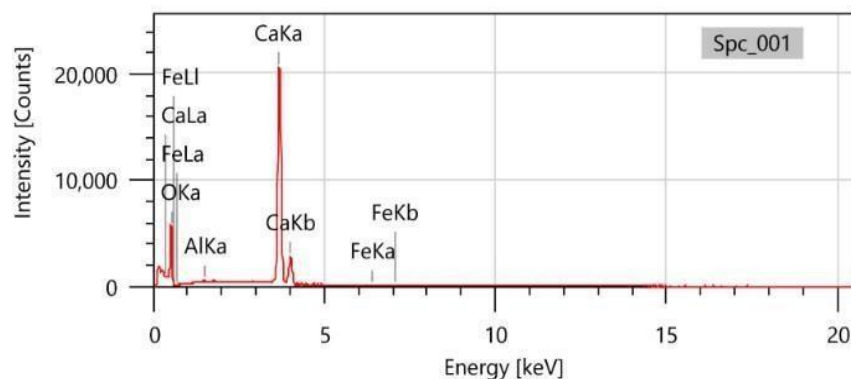


FIGURE 6.4 – Graphe EDS

TABLE 6.1 – Résultats d'analyse EDS

Element	Line	Mass%	Atom%
O	K	45.37±0.66	67.53±0.98
Al	K	0.18±0.02	0.16±0.02
Ca	K	54.28±0.37	32.24±0.22
Fe	K	0.17±0.04	0.07±0.02
Total		100.00	100.00

1. Composition Chimique Majoritaire

Le graphique montre clairement des pics d'intensité majeurs pour le Calcium (Ca) et l'Oxygène (O). Le tableau de quantification confirme la prédominance du Calcium (Ca) à 54,28 Mass% et de l'Oxygène (O) à 45,16 Mass%. Ces valeurs sont en accord avec la formule stœchiométrique du Carbonate de Calcium (CaCO₃), validant que l'échantillon analysé est bien le produit principal de notre étude.

2. Identification des Impuretés Chimiques

C'est l'aspect le plus critique pour la qualité optique (blancheur). Le spectre EDS révèle la présence de pics discrets mais distincts correspondant à : Fer (Fe) Aluminium (Al) Le tableau quantifie ces éléments : Fer (Fe) : 0,17 Mass% Aluminium (Al) : 0,18 Mass%

6.2 Interprétation des résultats obtenus lors du broyage

Dans cette partie, nous analysons les résultats obtenus lors des essais de broyage réalisés à différentes vitesses et pour plusieurs durées de traitement. Deux séries d'expériences ont été réalisées : **la première sans ajout d'acide stéarique, et la seconde avec une addition contrôlée de ce dernier**. L'objectif principal est d'évaluer l'influence de ces deux paramètres : la vitesse de rotation et le temps de broyage sur la blancheur et la distribution granulométrique du carbonate de calcium extrait du gisement étudié.

6.2.1 Partie 1 : Comportement du carbonate de calcium brut lors du broyage (sans additif)

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

TABLE 6.2 – Résultats colorimétriques des échantillons

Échantillon	Vitesse (rpm)	Temps (min)	Y _{moy}	X _{moy}	Y _{moy}	W _{moy}	L* _{moy}	a* _{moy}	b* _{moy}
1	150	15	85,62	0,3158	0,3206	94,93	94,15	0,68	2,63
2	200	15	89,61	0,3157	0,3206	99,00	95,84	0,65	2,64
4	300	15	89,02	0,3156	0,3206	98,49	95,59	0,61	2,63
5	150	30	90,01	0,3158	0,3208	98,98	96,00	0,63	2,73
6	200	30	85,55	0,3156	0,3205	95,19	93,99	0,60	2,57
8	300	30	86,48	0,3153	0,3204	96,53	94,51	0,57	2,49
9	150	45	86,24	0,3158	0,3207	95,38	94,41	0,64	2,70
10	200	45	86,66	0,3157	0,3206	96,05	94,59	0,64	2,64
11	250	45	84,80	0,3161	0,3209	93,36	93,64	0,67	2,79
12	150	60	82,8	0,319	0,3228	85,81	92,92	1,19	3,97
13	200	60	85,42	0,3162	0,3211	93,56	94,05	0,66	2,89
14	150	120	86,01	0,3152	0,3203	96,31	94,32	0,56	2,43

TABLE 6.3 – Résultats granulométriques des échantillons

Échantillon	D10	D50	D90
1	1,52	6,89	123,70
2	1,40	6,43	119,63
4	1,48	6,41	121,25
5	1,49	7,04	126,18
6	1,13	4,51	32,13
8	1,25	6,35	124,79
9	1,20	4,86	20,29
10	1,28	4,07	13,82
11	1,22	5,35	84,44
12	1,36	4,83	16,59
13	1,39	5,67	20,03
14	1,58	6,83	115,69

Interprétation colorimétrique des échantillons de CaCO_3

TABLE 6.4 – Interprétation colorimétrique des échantillons de CaCO_3

	Signification	Plage mesurée	Interprétation physique	Observation expérimentale	Conclusion
L*	Luminosité (0 = noir, 100 = blanc)	92,9 – 96,0	Indique la blancheur et la clarté de l'échantillon	Valeurs les plus élevées (presque 96) obtenues pour 30–45 min à 150–200 rpm	Excellente blancheur pour des conditions de broyage modérées
a*	Axe rouge (+) / vert (–)	0,56 – 1,19	Mesure la teinte chromatique rouge/verte	Valeurs faibles et stables → teinte quasi neutre	Pas de coloration notable, pureté optique confirmée
b*	Axe jaune (+) / bleu (–)	2,4 – 4,0	Évalue la présence de jaunissement	Légère hausse à long temps de broyage (supérieur ou égal à 60 min)	Léger jaunissement dû à la réagglomération ; optimum vers 30–45 min

Analyse et discussion des courbes obtenues

Les courbes présentées sur les figures ci-dessous illustrent l'influence de la vitesse de broyage sur la distribution granulométrique et sur l'indice de blancheur du carbonate de calcium, pour un temps de broyage constant, en l'absence d'acide stéarique. Dans cette phase expérimentale, le temps de broyage a été maintenu constant pour chaque série d'échantillons, tandis que la vitesse de rotation a été modifiée. Cette approche permet d'évaluer l'effet spécifique de la vitesse sur la granulométrie et la blancheur du produit.

— À T= 15 minutes

1. Évolution de la distribution granulométrique :

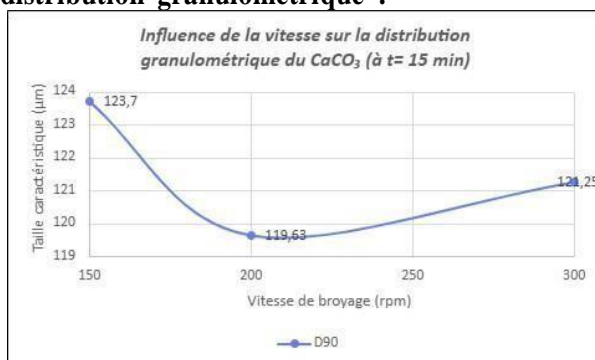


FIGURE 6.5 – Courbe granulométrique du CaCO_3 après 15 min de broyage.

À 15 minutes, les valeurs de D90 demeurent très élevées, situées entre 119 et 124 μm , indiquant une fragmentation encore insuffisante du carbonate de calcium.

Le broyage de courte durée n'assure pas une désintégration efficace des agglomérats, bien qu'une légère amélioration soit observée à 200 rpm ($D_{90} = 119,63 \mu\text{m}$). Ces résultats montrent que la plupart des particules maintiennent une taille importante.

2. Évolution de l'indice de blancheur (W) :

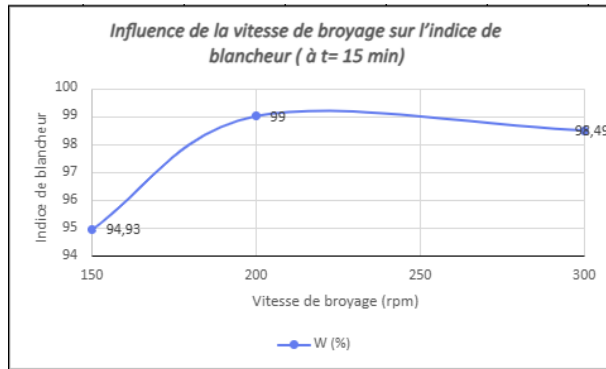


FIGURE 6.6 – Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage.

À une durée de broyage réduite, la blancheur du carbonate de calcium augmente avec la vitesse, atteignant 94,93 à 98,49 entre 150 et 300 rpm.

Cette transformation indique que, dans les premières étapes du processus, l'énergie mécanique transférée facilite la désintégration rapide des particules agglomérées.

À 150 rpm, le concassage demeure partiel, produisant une poudre toujours hétérogène. En revanche à 300 rpm, la dispersion est plus homogène et fine, ce qui améliore la réflexion de la lumière.

— À T= 30 minutes

1. Évolution de la distribution granulométrique :

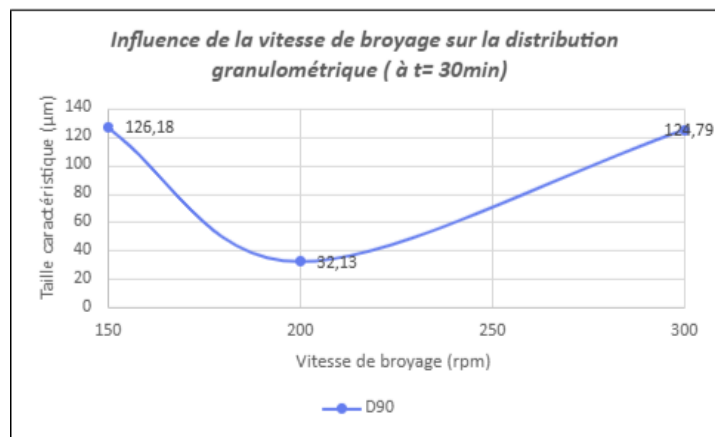


FIGURE 6.7 – Courbe granulométrique du CaCO_3 après 30 min de broyage.

Pour 30 minutes, on observe une nette différence selon la vitesse. À 150 et 300 rpm, les tailles restent encore élevées (126,18 µm et 124,79 µm), ce qui traduit une efficacité limitée à la vitesse de 150rpm, et un début de colmatage à la vitesse de 300rpm.

En revanche, à 200 rpm, la taille D90 chute fortement à 32,13 µm, signe d'un broyage optimal à ce stade. Cette vitesse assure un bon équilibre entre énergie mécanique et contrôle thermique

2. Évolution de l'indice de blancheur (W)

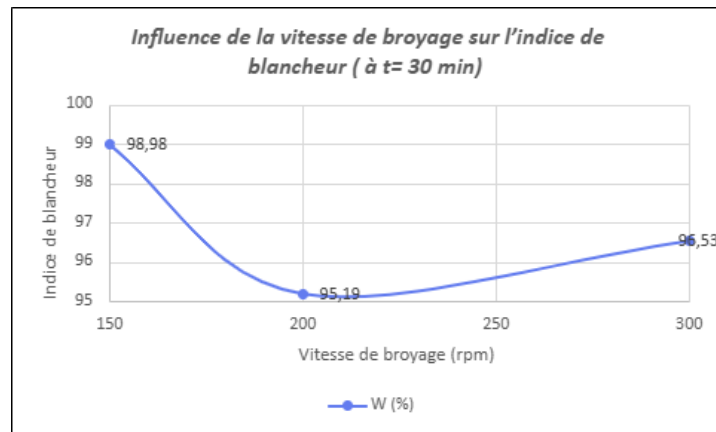


FIGURE 6.8 – Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage.

Pour un temps de 30 minutes, la blancheur varie entre 95,19 et 96,53 selon la vitesse. L'augmentation reste notable, bien que moins marquée que pour 15 minutes, indiquant que le processus tend vers une stabilité granulométrique.

À 150 rpm, le broyage demeure partiel, tandis qu'à 200 et 300 rpm, la poudre présente une structure plus homogène et donc une blancheur plus élevée.

— À T = 45 minutes

1. Évolution de la distribution granulométrique :

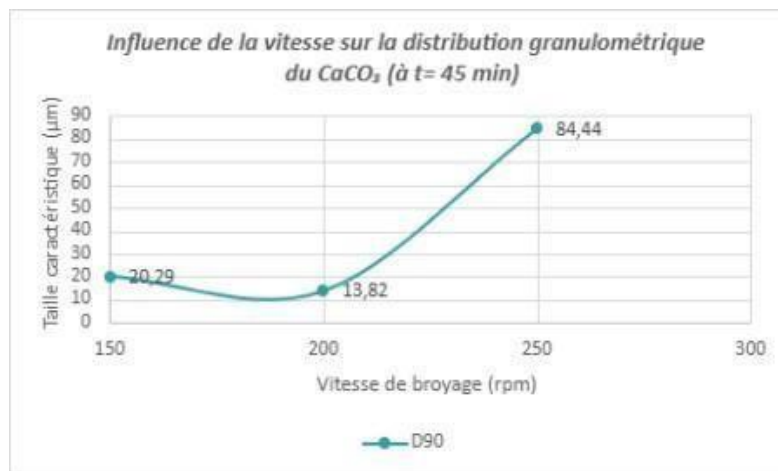


FIGURE 6.9 – Courbe granulométrique du CaCO₃ après 45 min de broyage.

Le graphique montre une évolution non linéaire de **D₉₀** en fonction de la vitesse pour un temps fixe de 45 minutes :

150 rpm — D₉₀ = 20,29 μm À cette vitesse, le broyage produit déjà une réduction correcte des particules (distribution relativement fine). L'énergie appliquée est suffisante pour fragmenter un nombre significatif d'agrégats sans provoquer d'effets secondaires importants.

200 rpm — $D_{90} = 13,82 \mu\text{m}$ La valeur minimale de D_{90} apparaît à 200 rpm : c'est la condition où la fragmentation est la plus efficace pour $t = 45 \text{ min}$. L'énergie d'impact permet de casser les particules et d'obtenir une poudre plus homogène sans que la ré-agglomération ne devienne significative. On peut considérer 200 rpm / 45 min comme le point optimal (meilleur compromis finesse / stabilité) dans cette série d'essais.

250 rpm — $D_{90} = 84,44 \mu\text{m}$ L'augmentation abrupte de D_{90} à 250 rpm indique un changement de régime : au lieu d'une fragmentation supplémentaire, on observe une forte ré-agglomération ou formation d'amas grossiers. Mécanismes probables : échauffement local de la surface des particules, forces adhésives accrues (van-der-Waals, capillaires), et éventuellement usure/contamination qui favorisent l'adhésion. Ce phénomène s'accompagne souvent de colmatage (poudre collée sur billes/parois) et d'une perte d'efficacité du broyage.

2. Évolution de l'indice de blancheur (W)

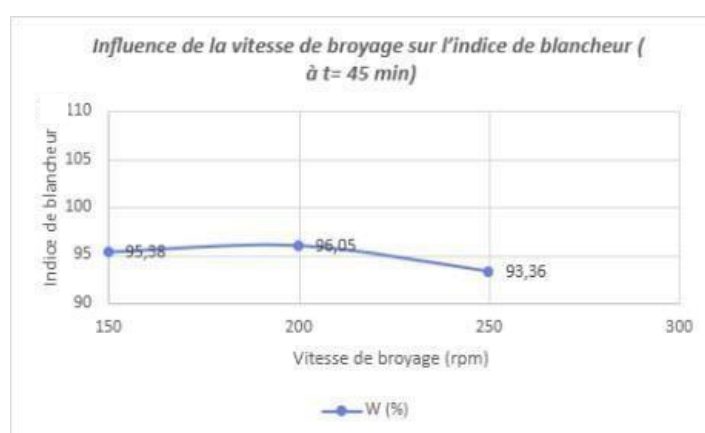


FIGURE 6.10 – Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage.

L'évolution de l'indice de blancheur en fonction de la vitesse de broyage révèle un comportement typique du carbonate de calcium soumis à des contraintes mécaniques croissantes. À faible vitesse (150 rpm), la blancheur reste modérée (95,38) en raison d'une fragmentation incomplète et d'une distribution granulométrique hétérogène. Lorsque la vitesse augmente à 200 rpm, la blancheur atteint un maximum de 96,05, traduisant une meilleure désagrégation des particules et une surface plus régulière favorisant la réflexion lumineuse. Cette condition correspond à un équilibre optimal entre l'énergie transmise et la stabilité thermique du système.

Au-delà de cette limite, à 250 rpm, la blancheur chute à 93,36, conséquence d'une surchauffe du milieu de broyage provoquant la ré-agglomération et le colmatage des particules fines. Ces phénomènes modifient la texture de surface et réduisent la capacité de diffusion de la lumière. Ainsi, la vitesse de 200 rpm pendant 45 minutes apparaît comme la condition optimale pour obtenir une poudre fine, homogène et à blancheur élevée.

— À T= 60 minutes

1. Évolution de la distribution granulométrique :

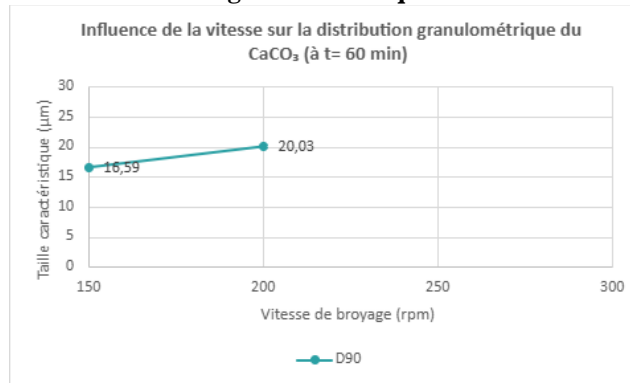


FIGURE 6.11 – Courbe granulométrique du CaCO_3 après 60 min de broyage.

Au-delà de 45 minutes, à 60 minutes l'efficacité du broyage diminue. À 150 rpm, $D_{90} = 16,59 \mu\text{m}$, indiquant un certain maintien de la finesse, mais à 200 rpm, D_{90} augmente légèrement à $20,03 \mu\text{m}$. Cette inversion de tendance s'explique par la ré-agglomération progressive des particules fines sous l'effet de la chaleur accumulée dans le broyeur.

Le prolongement du temps de broyage dépasse le seuil d'énergie utile et ne contribue plus à l'affinement du matériau. Le système entre dans une phase d'équilibre où la fragmentation et la ré-agglomération coexistent.

2. Évolution de l'indice de blancheur (W)

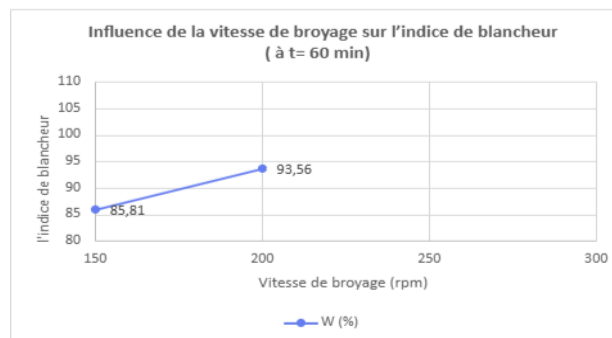


FIGURE 6.12 – Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage

Au-delà de 45 minutes, la blancheur diminue progressivement. À 60 minutes, elle atteint 85,81 à 150 rpm et 93,56 à 200 rpm. Cette baisse s'explique par l'effet cumulé de la surchauffe et de la ré-agglomération, qui deviennent prédominants lorsque la durée de broyage dépasse le seuil d'efficacité.

Les particules fines s'agglomèrent, réduisant la surface spécifique active et la capacité de diffusion lumineuse. Le broyage prolongé perd ainsi son efficacité et entraîne une altération visuelle du matériau.

— À T=120 min

D'après le tableau 6.1, à $t=120 \text{ min}$ et à 150 rpm montre que :

— Indice de blancheur (W) = 96,31

— $D_{90} = 115,69 \mu\text{m}$

À 120 minutes et 150 rpm, la taille D_{90} remonte brutalement à $115,69 \mu\text{m}$, signe d'une perte totale d'efficacité du processus. Cette valeur traduit un phénomène marqué de colmatage et d'agglomération. Le matériau subit une recombinaison partielle des particules fines, formant des amas grossiers. À ce stade, le broyage prolongé devient contre-productif : l'énergie mécanique est dissipée sous forme de chaleur, provoquant la dégradation de la texture du produit et la perte de ses propriétés granulométriques.

Et pour la blancheur elle remonte légèrement à 96,31, mais cette amélioration reste ponctuelle et non représentative d'un effet de broyage prolongé. Elle pourrait être liée à une légère réorganisation des particules sous l'effet d'une énergie mécanique modérée. Cependant, après deux heures, le système atteint un état d'équilibre où la fragmentation supplémentaire devient négligeable. L'allongement du temps n'apporte donc aucun gain significatif et risque, à terme, de provoquer un colmatage ou une modification de la texture du produit final.

6.2.2 Partie 2 : Comportement du carbonate de calcium brut lors du broyage (avec additif- acide stéarique)

À partir d'un temps de broyage de 45 minutes, un phénomène de colmatage du produit a été observé dans le broyeur, se traduisant par une accumulation de matière sur les parois et les billes, rendant la poursuite du broyage difficile. Afin de remédier à ce problème et d'assurer la continuité des essais, nous avons introduit une faible quantité d'acide stéarique (2%, 0.5%, 0.3%, 0.2%, 0.1%) dans le milieu de broyage.

Cet additif a pour rôle de réduire les forces d'adhésion entre les particules et d'agir comme agent lubrifiant et dispersant, permettant ainsi de limiter la ré-agglomération et d'éviter le colmatage. Les résultats obtenus sont donnés dans les tableaux suivants :

TABLE 6.5 – Synthèse des résultats des essais avec ajout d'acide stéarique

Éch.	Vitesse (rpm)	Temps (min)	Qacide (%)	Y (%)	x	y	W	L*	a*	b*
15	250	30	0,2	93,77	0,3155	0,3205	103,49	96,54	0,62	2,63
16	250	60	0,2	91,26	0,3161	0,3210	99,65	96,52	0,67	2,89
17	300	60	0,2	87,41	0,3214	0,3246	85,44	94,91	1,54	5,07
18	250	45	2,0	82,38	0,3180	0,3222	87,21	91,90	-0,50	1,70
19	200	30	2,0	84,21	0,3187	0,3227	87,63	93,54	1,07	3,89
20	200	30	0,5	90,78	0,3146	0,3197	102,58	96,31	0,57	2,11
21	200	60	0,3	91,76	0,3146	0,3196	103,73	96,71	0,68	2,08
22	200	30	0,3	90,75	0,3164	0,3211	98,73	96,30	0,75	2,98
23	200	60	0,2	90,23	0,3148	0,3197	101,87	96,09	0,63	2,17
24	250	45	0,2	87,66	0,3159	0,3208	96,55	95,02	0,63	2,74
25	200	30	0,2	87,74	0,3154	0,3203	97,88	95,05	0,65	2,47
26	200	30	0,2	89,61	0,3152	0,3203	99,91	95,84	0,56	2,44
27	150	30	0,2	89,09	0,3148	0,3200	100,22	95,62	0,51	2,26
28	200	30	0,1	89,72	0,3151	0,3202	100,27	95,72	0,55	2,40

Éch.	Qacide (%)	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)	Observation
15	0,2	2,10	22,28	142,48	—
16	0,2	1,72	8,61	41,22	—
17	0,2	—	—	—	Raté
18	2,0	—	—	—	Hydrophobe
19	2,0	861,58	1348,51	2300,52	Hydrophobe
20	0,5	833,91	1190,42	1682,84	Hydrophobe
21	0,3	612,59	916,24	2122,90	Hydrophobe

Ech.	Qacide (%)	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)	Observation
22	0,3	341,05	493,02	691,19	Hydrophobe
23	0,2	1,80	4,68	10,15	—
24	0,2	1,51	4,45	15,04	—
25	0,2	1,88	9,34	100,89	—
26	0,2	1,07	3,47	13,31	—
27	0,2	1,23	4,28	15,03	—
28	0,1	1,27	4,07	14,50	—

- **Concentration élevée (2 % ; échantillons 19 et 18) :**

Pour 2 % d'acide, le comportement devient défavorable : les échantillons sont décrits comme hydrophobes, la blancheur chute et on a obtenu une couleur grisâtre de l'échantillon (ex. échantillon 19 W = 87,6)

La granulométrie montre une forte agrégation (D90 très élevé) à cause de l'hydrophobie : la voie humide de mesure granulométrique a échoué pour ces échantillons fortement enrobés (un mauvais mouillage qui a engendré des mesures non exploitables). Un excès de l'acide stéarique forme une couche trop épaisse autour des particules, ce qui augmente leur caractère hydrophobe, diminue la blancheur et rend les analyses en milieu humide plus difficiles.

Effet des différents traitements de surface sur les propriétés optiques et physico-chimiques du (CaCO₃)

Lors de l'application d'un traitement de surface avec 2 % d'acide stéarique, une modification notable de l'aspect visuel de l'échantillon a été observée. La poudre de carbonate de calcium, initialement blanche, a pris une teinte grisâtre, indiquant une altération de la blancheur du produit. De plus, le matériau traité a présenté une forte hydrophobie, se traduisant par une mauvaise dispersion dans l'eau et une tendance à l'agglomération.

Afin d'atténuer ce comportement hydrophobe, un lavage à l'éthanol a été réalisé. Ce traitement a permis de réduire partiellement l'hydrophobie, mais sans l'éliminer complètement. Néanmoins, la couleur du produit est devenue encore plus grise, suggérant une possible interaction entre les résidus organiques de l'acide stéarique et la matrice minérale.

Dans le but d'améliorer la mouillabilité tout en préservant la blancheur, l'agent tensioactif Tween 80 a été testé comme alternative. Les résultats obtenus se sont révélés proches de ceux observés avec l'acide stéarique, avec une hydrophobie légèrement atténuée mais toujours perceptible et une coloration grise persistante.

Ces observations montrent que le taux élevé (2 %) d'agent organique provoque une saturation de la surface du CaCO₃ et une modification optique défavorable, d'où la nécessité d'optimiser la concentration et la nature de l'agent de traitement.

TABLE 6.6 – Comparaison des effets des différents traitements de surface sur le CaCO₃

Traitement appliqué	Blancheur (L)	Hydrophobie	Couleur observée	Dispersion dans l'eau	Remarques principales
Acide stéarique (2 %)	Diminue légèrement	Très forte (surface saturée)	Gris clair	Mauvaise, forte agglomération	Surcharge de surface en acide stéarique.
Après lavage à l'éthanol	Diminue davantage	Moyenne (partiellement réduite)	Gris prononcé	Légèrement améliorée	Hydrophobie réduite mais couleur altérée.
Tween 80 (2 %)	Stable à légèrement diminuée	Moyenne à forte	Gris clair à stable	Meilleure que l'acide stéarique	Bon compromis, mais hydrophobie persistante.

- **Concentrations modérées (0.3-0.5 % ; échantillons 22 et 20)**

L'ajout d'une faible quantité d'acide stéarique améliore significativement la dispersion et la propreté optique du produit. Les échantillons à 0,3 % et 0,5 % montrent une blancheur élevée (valeurs supérieures ou proches de 98–103 selon l'essai) et une distribution granulométrique relativement contrôlée.

Les échantillons restent hydrophobes, c'est pourquoi il est nécessaire de réduire la concentration d'acide afin de diminuer cet effet d'hydrophobie.

- **Interprétation des paramètres colorimétriques L*, a* et b***

TABLE 6.7 – Interprétation des paramètres colorimétriques L*, a* et b*

Paramètre	Signification physique	Valeurs observées	Interprétation
L*	Luminosité ou clarté de la couleur (0 = noir, 100 = blanc parfait)	92 – 97	Une augmentation de L* traduit une amélioration notable de la blancheur optique. Des valeurs supérieures à 95 indiquent une bonne pureté et un effet positif du broyage et de l'ajout d'acide stéarique.
a*	Axe chromatique rouge–vert (+a* = rouge / –a* = vert)	0,5 – 3,0	Des valeurs légèrement positives indiquent une faible teinte rougeâtre, probablement due à des traces d'oxydes de fer. Une valeur proche de zéro traduit un produit plus neutre et donc plus blanc.
b*	Axe chromatique jaune–bleu (+b* = jaune / –b* = bleu)	1,2 – 3,8	Des valeurs positives révèlent une teinte jaunâtre modérée liée à de fines impuretés. La diminution de b* après traitement ou micronisation indique un éclaircissement visuel et une meilleure blancheur.

Effet du temps de broyage (comparaison 22 et 21, même $Q_{\text{acide}} = 0,3\%$ et même vitesse = 200 rpm)

- **30 min (échantillon 22)** : bonne blancheur et granulométrie contrôlée.
- **60 min (échantillon 21)** : La blancheur s'est encore améliorée (valeur mesurée plus élevée), mais la D90 augmente fortement, signe d'une ré-agglomération progressive des fines malgré la présence de l'acide.

La blancheur du produit n'est bien conservée que lorsque la quantité d'acide ajoutée reste faible. L'acide favorise en effet la conservation de la blancheur lors du traitement, mais une durée prolongée induit la formation d'agrégats sous l'effet de l'énergie mécanique, ce qui élargit la distribution granulométrique. L'ajout d'acide stéarique améliore la blancheur et limite le colmatage jusqu'à environ 0,2–0,5 %. En revanche, pour des teneurs supérieures ou égales à 2 %, l'échantillon devient fortement hydrophobe, se ré-agglomère et la blancheur diminue.

- **Résultats avec ajout de 0,2 % d'acide stéarique**

— T= 30min

1. Évolution de la granulométrie :

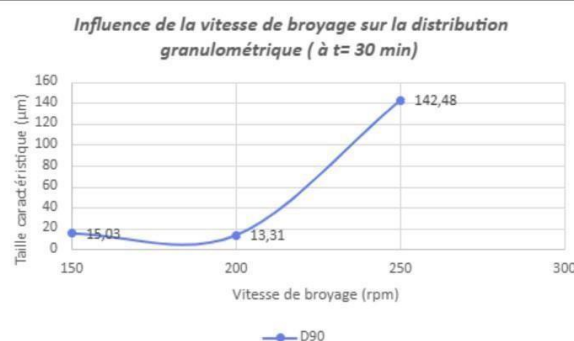


FIGURE 6.13 – Courbe granulométrique du CaCO_3

150 rpm (Éch. 27), D90 =15.03 µm : Finesse Exceptionnelle à Basse Énergie. L'acide stéarique agit comme un agent de dispersion très efficace. Même à la vitesse la plus basse (150 RPM), il empêche la réagglomération des fines particules formées. La finesse de 1,27 µm est atteinte avec une consommation d'énergie minimale, validant l'efficacité de l'additif.

200 rpm (Éch. 28), D90=14.5 µm : Stabilité Optimale. La finesse est similaire à 150 RPM. L'énergie supplémentaire à 200 RPM continue de fragmenter les particules, mais l'additif maintient parfaitement la dispersion. On atteint ici le meilleur compromis finesse/stabilité pour cette durée.

250 rpm (Éch. 15), D90= 142,48 µm : Début de Surcharge. À cette vitesse plus élevée, on observe une augmentation de D90. L'énergie cinétique est très forte, et la quantité de 0,2 % d'acide stéarique pourrait ne plus être efficace. On assiste à un léger début de réagglomération ou à une formation d'amas, même en présence de l'additif.

2. Évolution de l'Indice de Blancheur :

L'ajout d'acide stéarique élimine le problème de réagglomération et permet d'atteindre des performances optiques supérieures au standard de référence.

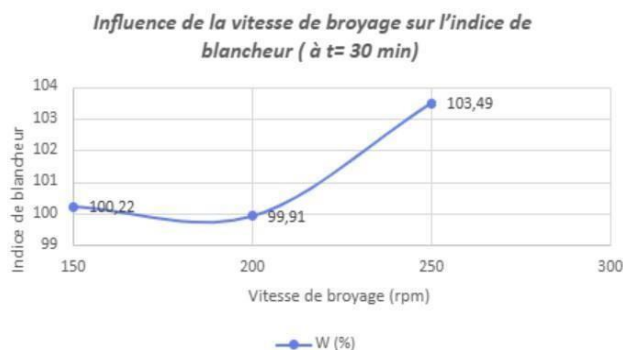


FIGURE 6.14 – Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage

150 rpm (Éch. 27), W=100,22 : Point de Performance Clé. C'est l'un des meilleurs résultats. La blancheur excédant 100 (supérieure au standard) est atteinte à basse vitesse. L'acide stéarique assure une dispersion parfaite des particules fines. La surface spécifique élevée et propre maximise la diffusion de la lumière, d'où l'indice de blancheur exceptionnel.

200 rpm (Éch. 28), W= 100,27 : L'Optimum Absolu de Blancheur. Le léger gain par rapport à 150 RPM montre que l'énergie supplémentaire a permis une fragmentation marginalement meilleure. L'additif maintient la surface propre et dispersée, aboutissant au meilleur résultat de cette série (W>100)

250 rpm (Éch. 15), W= 103,49 : Blancheur Maximale Générale (Attention au D90). Bien que W % soit le plus élevé de cette série, il faut le corréliser à une granulométrie potentiellement plus large (D90 = 142,48 μm - très large). Cette valeur très élevée pourrait être due à un effet optique spécifique (blanchiment très localisé ou contamination minimale) sans garantie d'homogénéité du produit.

— **T= 45 min**

Étant donné que le colmatage est apparu à partir de 45 minutes de broyage à une vitesse de 250 RPM, il a été jugé pertinent de répéter l'essai dans les mêmes conditions, cette fois avec l'ajout de 0,2 % d'acide. Les résultats obtenus montrent une légère amélioration de la blancheur, atteignant 96,55 , et une réduction significative de la taille des particules (D90 = 15,04 μm), traduisant une meilleure efficacité de la dispersion et du broyage grâce à l'effet de l'acide.

— **T= 60min**

L'analyse des essais à 60 minutes avec 0,2 % d'acide stéarique (Échantillons 23,16 et 17) est cruciale, même en présence d'un additif, ces résultats indiquent que la durée optimale est inférieure à 60 minutes.

1. Évolution de la Granulométrie

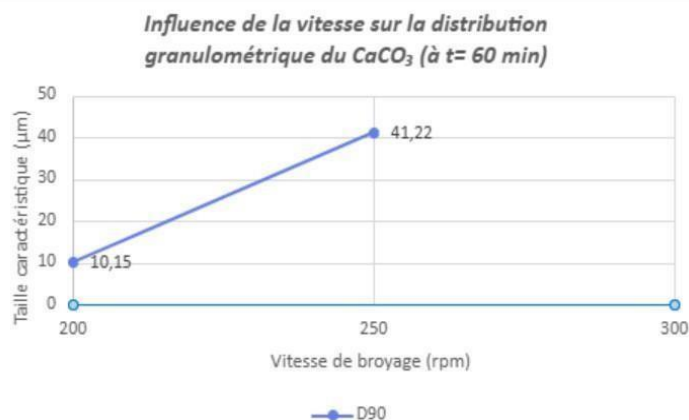


FIGURE 6.15 – Courbe granulométrique du CaCO_3

Le graphique du haut montre l'évolution de la finesse D90 en fonction de la vitesse après 60 minutes de broyage. La granulométrie se détériore de manière linéaire et rapide en fonction de la vitesse, passant de 10,15 μm à 200 RPM à 41,22 μm à 250 RPM.

Cette hausse progressive et significative de la taille des particules (D90) est la preuve que l'énergie accumulée sur 60 minutes (une durée trop longue) surpasse la capacité de l'additif à maintenir la dispersion. L'augmentation de la vitesse (donc de l'énergie d'impact) aggrave le phénomène de réagglomération. Au lieu de continuer à se fragmenter, les particules ultrafines se collent les unes aux autres, formant des agrégats quatre fois plus gros à 250 RPM qu'à 200 RPM. Le système est en phase de surbroyage destructeur.

2. Évolution de l'Indice de Blancheur

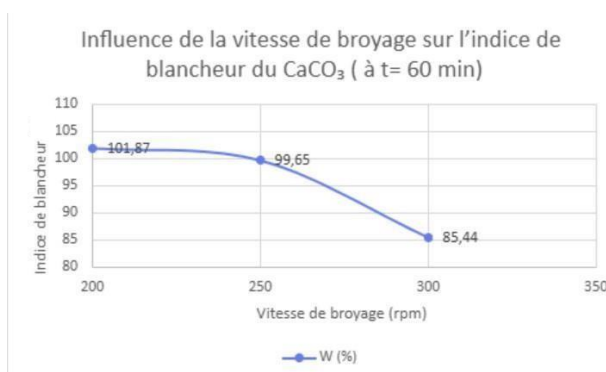


FIGURE 6.16 – Variation de l'indice de blancheur selon le temps de broyage

Le graphique dessus montre l'évolution de la blancheur (W) en fonction de la vitesse.

La blancheur commence à un niveau excellent de 101,87 à 200 RPM, mais elle chute de manière exponentielle à mesure que la vitesse augmente. À 250 RPM, elle passe sous la barre des 100 (99,65), et elle s'effondre à 85,44 à 300 RPM. Cette courbe en forte baisse est directement corrélée à la dégradation de la granulométrie.

La chute de 101,87 à 99,65 est causée par la formation d'agrégats plus gros qui réduisent la diffusion de la lumière (comme le montre le D90 qui passe à 41,22 μm).

L'effondrement à 85,44 (300 RPM) signale une rupture catastrophique du procédé. À cette énergie et durée extrêmes, l'additif est complètement submergé. L'hypothèse est un colmatage sévère du broyeur (formation d'un gâteau compact) et/ou une contamination massive due à l'abrasion intense des corps broyant et des parois, qui introduisent des micro-impuretés sombres, détruisant la qualité optique du CaCO_3 .

6.2.3 Partie 3 : Impact du rebroyage sur la blancheur et la granulométrie

TABLE 6.8 – Résultats du rebroyage du carbonate de calcium

Éch.	V (rpm)	T (min)	Qacide (%)	D_{10}	D_{50}	D_{90}
3*	250	15	0	0,96	3,17	10,15
7*	250	30	0	0,96	3,17	13,09
29*	250	15	0,1	0,98	3,87	34,74

TABLE 6.9 – Paramètres colorimétriques complémentaires

Ech.	Y	xmoy	ymoy	Wmoy	L*	a	b
3*	90,2	0,3156	0,3205	99,84	96,06	0,69	2,89
7*	88,26	0,3154	0,3204	98,23	95,27	0,6	2,52
29*	89,6	0,3148	0,3199	100,9	95,43	0,55	22,21

1. Influence de la Durée Sans Additif ($Q_{\text{acide}} = 0\%$)

La comparaison des échantillons 3* (15 min) et 7* (30 min) révèle la limite de l'énergie mécanique pure lors du rebroyage.

La blancheur diminue de 99,84 à 98,23 en doublant le temps de broyage (de 15 à 30 minutes), tandis que la D90 (les plus grosses particules) augmente légèrement (de 10,15 à 13,09) μm .

L'augmentation de la D90 est la preuve que, même pour le D90, la réagglomération des particules fines est en cours. Les plus petites particules se collent, créant des agrégats qui font monter la valeur de la D90 et expliquent la baisse de la blancheur (moins de lumière diffusée).

2. Influence de l'Additif ($Q_{\text{acide}} = 0,1\%$) à Temps Court

L'échantillon 29* compare l'impact d'une faible dose d'acide (0,1%) sur une courte durée (15 min) à la même vitesse de 250 RPM. L'ajout de seulement 0,1% d'acide stéarique fait augmenter la blancheur au-delà de 100 (100,9). Cependant, cela a un impact très négatif sur la finesse : la D50 et surtout la D90 augmentent très fortement (3,17→3,87 et 10,15→34,74) μm .

6.3 Synthèse générale sur l'effet du temps, de la vitesse, du second broyage et de l'ajout d'acide stéarique sur l'indice de blancheur et la distribution granulométrique

L'analyse conjointe de l'indice de blancheur et de la distribution granulométrique met en évidence une relation directe entre la finesse des particules et la qualité optique du carbonate de calcium.

Aux courtes durées de broyage (15 à 30 min), la fragmentation reste partielle, ce qui se traduit par des valeurs de D90 élevées ($>100 \mu\text{m}$) et une blancheur limitée. L'augmentation de la vitesse de rotation favorise la désagrégation des agglomérats, mais la performance maximale est obtenue à 200 rpm pendant 45 minutes, avec un D90 = 13 μm et une blancheur de 96.

Au-delà de ces conditions, notamment pour des temps prolongés (60 à 120 min) ou à des vitesses supérieures (supérieur ou égale à 250 rpm), la surchauffe du milieu de broyage provoque une réagglomération des particules fines, engendrant une baisse simultanée de la blancheur et de la finesse.

Le second broyage (double broyage) s'est montré particulièrement efficace pour les durées courtes. Le choix des conditions optimales dépendra donc de la priorité :

- Si la finesse est la priorité, il faut un temps court sans additif (3*).

- Si la blancheur maximale est la priorité (même avec une granulométrie légèrement moins fine), un additif à faible dose est nécessaire (29*)

L'ajout d'acide stéarique joue un rôle essentiel pour éviter le colmatage et améliorer la fluidité du milieu de broyage.

- **À faible concentration (0,3–0,5 %)** : L'acide agit comme agent de surface favorisant une bonne dispersion. Les échantillons 22 (0,3 %) et 20 (0,5 %) présentent une blancheur élevée (= 98–103), mais on n'a pas pu calculé la distribution granulométrique grâce à leur caractère hydrophobe.

- **À 0,2 %**, présente une blancheur élevée ($W = 101,87$) et une distribution granulométrique optimisée, caractérisée par une valeur de $D_{90} = 10,15 \mu\text{m}$, traduisant une finesse plus marquée du produit

À l'inverse, une concentration plus élevée (2 %, échantillons 18 et 19) conduit à une forte hydrophobie et à une coloration grise ($W = 87$). L'utilisation de solvants comme l'éthanol ou d'agents tensioactifs tels que le Tween 80 a permis de réduire partiellement l'hydrophobie, mais sans retrouver la blancheur initiale, suggérant que le dosage optimal doit rester inférieur à 0,3 %.

Conclusion Générale

Ce projet a réussi à déterminer les conditions optimales de micronisation du carbonate de calcium d'Ouled Rahmoun, améliorant significativement son indice de blancheur tout en garantissant une granulométrie fine et homogène.

Notre étude a identifié plusieurs voies d'optimisation en fonction des contraintes de production :

Option 1 : Procédé Mécanique sans Additif Les conditions optimales de broyage purement mécanique sont atteintes à 200 RPM pendant 45 minutes, représentant le meilleur compromis avant que la ré-agglomération ne devienne prépondérante.

Option 2 : Procédé Mécanique par Rebroyage : L'approche par re-broyage (ou broyage en phase secondaire) sans additif sur une courte durée de 15 minutes permet également d'atteindre une performance élevée (blancheur presque 100 et un $D_{90} = 10,15 \mu\text{m}$)

Option 3 : Procédé Chimio-Mécanique (avec Additif) La condition la plus performante en termes de qualité finale est l'échantillon 23 (0,2 % d'acide stéarique, 200 RPM et une vitesse de 60min), qui combine la meilleure finesse et une blancheur supérieure à 100 (101,87) et un $D_{90}=10,15 \mu\text{m}$.

Ce travail offre une flexibilité de production essentielle en identifiant deux gammes de produits distinctes :

Carbonates Sans Acide :

Des industries comme l'agroalimentaire, la pharmacie ou certains secteurs exigent des charges minérales sans agent de surface organique afin de garantir la pureté du produit final ou d'éviter toute interférence chimique. Les conditions 200 RPM/45 minutes (sans acide) ou le re broyage de 15 minutes sont donc les solutions ciblées pour ces marchés.

Carbonates Avec Acide :

L'industrie du plastique, les peintures haut de gamme et le papier couché privilégient les poudres traitées (coatées). L'acide stéarique confère à la poudre un caractère hydrophobe essentiel, améliore la dispersion dans les polymères et augmente la blancheur. L'atteinte de $W > 100$ avec 0,2% d'acide, ou même ceux de 0,3% et 0,5% (blancheur > 100) qui sont hydrophobes, et qui répondent spécifiquement aux exigences de ces marchés à forte valeur ajoutée.

L'ensemble de ces paramètres assure la production d'un carbonate de calcium finement micronisé, hautement blanc et homogène, permettant de répondre aux exigences d'une large palette d'applications industrielles.

Références bibliographiques

- [1] QURESHI, Sheraz Ahmed. Effect of operating parameters and particle size of calcium carbonate on the physical properties of latex paint. Biomedical Journal of Scientific and Technical Research [en ligne]. 2021, vol.39, n°1, pp. 30909–30915. [Consulté le 16/09/2025]. Disponible sur : <https://doi.org/10.26717/BJSTR.2021.39.006236>
- [2] OULD HAMOU, M. Cours minéralurgie. Revue des Matériaux, 2023.
- [3] Influence of particle size distribution of calcium carbonate pigments on coated paper whiteness. Journal of Coatings Technology and Research, 8(2), 275–283.
- [4] KUMAR, Nitin, BHARDWAJ, Nishi K. & CHAKRABARTI, Swapan K. Influence of particle size distribution of calcium carbonate pigments on coated paper whiteness. Journal of Coatings Technology and Research [en ligne]. 2011, vol.8, pp. 613–618. [Consulté le 04/05/2025]. Disponible sur : <https://doi.org/10.1007/s11998-011-9353-y>
- [5] EPIC POWDER MACHINERY. Factors affecting the whiteness of calcium carbonate and solutions [en ligne]. 2023. [Consulté le 11/10/2025].
- [6] SHAMEY, Renzo. Encyclopedia of Color Science and Technology. 2011.
- [7] MOUSSA, H. & BENZERZOUR, M. Les carbonates naturels : propriétés physico-chimiques et applications industrielles. Revue des Sciences de l'Ingénieur, 2019.
- [8] BEDRI, Khaoula. Amélioration de l'indice de blancheur du carbonate de calcium du gisement de Djebel El Madjène (Constantine). Mémoire de fin d'études : École Nationale Polytechnique, 2012.
- [9] (2023). *Improving the Optical Properties and Filler Content of White Top Testliners by Using a Size Press*.
- [10] ISSAD, Lamine. Synthèse et caractérisation des nanoparticules de carbonate de calcium [en ligne]. Mémoire : Université Abderrahmane Mira – Béjaïa, 2020. [Consulté le 14/07/2025]. Disponible sur : <https://www.univ-bejaia.dz/xmlui/handle/123456789/14384>
- [11] OUAREZ, Lydia. Analyse combinée appliquée à l'étude de la biominéralisation de carbonate de calcium CaCO₃ [en ligne]. Mémoire : Université Abderrahmane Mira – Béjaïa, 2015. [Consulté le 05/10/2025].
- [12] LANDJAS, Nihad, et al. Production du carbonate de calcium de grade pharmaceutique à partir des roches minières algériennes : purification et caractérisation [en ligne]. Mémoire : Université Saad Dahlab Blida 1, 2023. [Consulté le 01/06/2025]. Disponible sur : <https://di.univ-blida.dz/jspui/bitstream/123456789/29252/1/m>
- [13] Lancement des travaux de réalisation d'une nouvelle usine de production de carbonate de calcium micronisé (Article de presse), 2021. Cet article annonce la construction d'une usine visant à produire 100 000 tonnes annuellement pour satisfaire la demande nationale.
- [14] Étude des mécanismes de précipitation du carbonate de calcium – Université de Lorraine (France) Thèse qui décrit les conditions optimales pour obtenir du PCC de haute pureté. <https://theses.hal.science/tel-04403030/>
- [15] Élaboration de particules de CaCO₃ pour les applications dans le caoutchouc naturel – Université Le Mans Recherche sur l'adaptation du CaCO₃ aux exigences techniques internationales (theses.fr)
- [16] THAIBAOUI, Khalil. Essais d'amélioration de l'indice de blancheur du minerai de carbonate de calcium du gisement d'EL-Khroub. Mémoire de projet de fin d'études d'ingénieur, juin 2009.

Annexe A

Fiches techniques des équipements utilisés

1. Concasseur à mâchoire

Applications	coarse and pre-crushing
Field of application	chemistry / plastics, construction materials, engineering / electronics, environment / recycling, geology / metallurgy, glass / ceramics
Feed material	medium-hard, hard, brittle, tough
Size reduction principle	pressure
Material feed size*	< 90 mm
Final fineness*	< 2 mm
Throughput*	300 kg/h
Material of grinding tools	manganese steel, stainless steel, tungsten carbide, steel 1.1750 (for heavy-metal free grinding)
Jaw width	90 x 90 mm
Gap width setting	0 - 30 mm
Gap width display	Scale
Zero point adjustment	yes
Hinged hopper	yes
Dust extraction unit	yes
Maintenance- and lubricant-free sliding bearing	yes
Process line version	Optional
Collector capacity	5 l
Drive	1-phase motor / 3-phase motor
Drive power	1.5 kW
Electrical supply data	different voltages
Power connection	1-phase / 3-phase
Protection code	IP 54
W x H x D closed	450 x 1160 x 900 mm
Net weight	~ 300 kg
Standards	CE

2. Tamiseur

Applications	séparation, fractionnement, détermination de la granulométrie
Champ d'application	agriculture, alimentation, biologie, chimie / plastique, environnement / recyclage, géologie / métallurgie, ingénierie / électronique, matériaux de construction, médecine / produits pharmaceutiques, verre / céramique
Matière chargée	poudres, matières en vrac, suspensions
Plage de mesure*	20 µm - 25 mm
Mouvement de la matière à tamiser	projection à impulsion rotative
Charge / quantité max. de matière à tamiser	3 kg
Nombre max. de fractions	11 / 22
Poids max. de la colonne de tamis	6 kg
Amplitude	digital, 0.20 – 3.00 mm
Amplitude contrôlée	oui
Accélération du tamis de fond	1.0 - 15.1 g
Affichage du temps	numérique, 1 - 99 min
Mode de fonctionnement intermittent	1 - 99 s
Programmes mémorisables (SOP)	99
Convient pour le tamisage à sec	oui
Convient pour le tamisage en milieu humide	oui
USB interface	oui
Avec certificat de contrôle / calibrable	oui
Diamètres des tamis utilisables	100 mm / 200 mm / 203 mm (8")
Hauteur max. de la colonne de tamis	620 mm
Systèmes de serrage	standard, "confort", chacun pour le tamisage humide et sec
Indice de protection	IP 21
Donnée d'alimentation électrique	100-240 V, 50/60 Hz
Connexion d'alimentation	monophasé
L x H x P	417 x 212 x 384 mm

3. Echantillonneur rotatif

Caractéristique	Détail
Nombre de flacons	8 récipients en verre
Matière chargée	Matériaux en vrac
Granulométrie initiale	< 10 mm
Charge / quantité alimentée	< 5000 ml
Réglage du temps numérique	1, 3, 5, 10 à 60 min / opération en continu
Donnée d'alimentation électrique	100–240 V, 50/60 Hz
Poids net	33,5 kg
Capacité maximale	Jusqu'à 3 L de poudre (selon densité)
Vitesse de rotation	Ajustable entre 100 et 300 tr/min
Répartition	Homogène, par effet centrifuge
Erreur de répartition	Inférieure à 1%
Matériaux	Acier inoxydable et composants en plastique technique
Interface	Panneau de commande digital avec minuterie
Avantage principal	Reproductibilité élevée et gain de temps

4. Broyeur planétaire

Modèle	Broyeur planétaire à billes RETSCH PM 100
Domaine d'application	Broyage, mélange, homogénéisation, broyages colloïdaux, alliage mécanique
Matériaux traités	Mou, dur, cassant, fibreux, sec ou humide
Finesse finale	< 1 μm (et < 0,1 μm pour les broyages colloïdaux)
Puissance absorbée	Environ 1250 W (VA)
Dimensions (L x H x P)	630 x 468 x 415 mm
Poids net	Environ 80 kg
Nombre de bols	1
Capacité par bol	250 ml
Matériau des bols	Acier
Matériau des billes	Acier (de tailles différentes)
Type de broyage	Sec
Vitesse de rotation du plateau planétaire	100 – 650 t/min (réglée entre 150 et 200 t/min lors de l'expérimentation)
Durée du broyage	Jusqu'à 2 h (en séances successives selon la masse totale)

5. Granulomètre laser

Caractéristique	Détail
Principe de mesure	Diffraction laser selon les théories de Fraunhofer et Mie
Gamme de mesure	De 0,01 μm à 3800 μm (selon le modèle – généralement pour le NeXT Nano ou Micro)
Source lumineuse	Laser à semi-conducteurs à haute intensité
Détecteurs	Système multi-capteurs disposés en arc pour couvrir un large angle
Mode de dispersion	Humide (par agitation et circulation continue dans un liquide porteur)
Vitesse de la pompe de circulation	Réglable, généralement de 200 à 5000 rpm
Volume de la cellule de mesure	Environ 250 mL
Matériaux compatibles	Solides dispersibles dans l'eau ou autres solvants compatibles
Température de travail	Ambiante, mais l'eau peut être régulée en température si nécessaire
Précision	Excellente répétabilité avec une erreur généralement < 0,5 %
Résultats fournis	D10, D50, D90, distribution granulométrique cumulée ou différenciée
Logiciel d'exploitation	FRITSCH MaS control : interface intuitive pour réglage et analyse

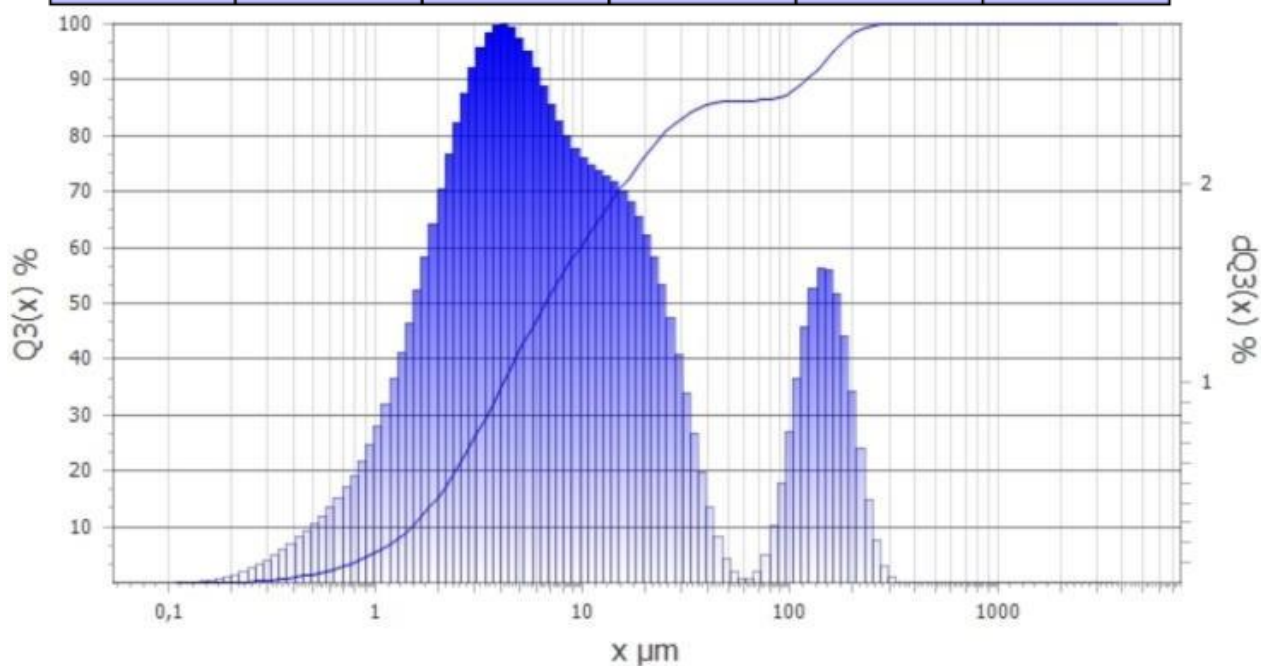
6. Microscope électronique à balayage

	ANALYSETTE 22 NeXT Micro	ANALYSETTE 22 NeXT Nano
Measuring range	0.5–1500 μm	0.01–3800 μm
Method of analysis	Static light scattering (laser diffraction)	
Type of analysis	Wet measurement of the particle size of solids, suspensions and emulsions	
Measurement value	Particle size	
Theory	Fraunhofer, Mie	
Standard	ISO 13320	
Optical design	Reverse Fourier design	
Laser	Green ($\lambda = 532 \text{ nm}$, approx. 1 mW)	
Laser beam alignment	Automatic	
Laser class according to IEC 60825-1	Class 1	
Detector	Specially designed semi-conductor detector	
Large angle detectors	No	Yes
Backward scattering channels	No	Yes
Typical measuring time	5–10 s (measurement value recording of an individual measurement) 1 min (entire measurement cycle)	
Evaluation	Particle size distribution as a total curve, bar chart or in table form	
Net weight	24 kg	25 kg
Dimensions (w x d x h)	66.6 x 31.9 x 29.4 cm	
Software	MaS control software for controlling, recording and evaluating the measuring results pre-installed on supplied computer, incl. monitor, keyboard and mouse (without computer hardware for deliveries to CIS countries)	
System requirements (for computers supplied by customer)	Standard Windows PC, 4 GB RAM, at least Windows 10, USB port, monitor, keyboard, mouse	

Résultats du granulomètre laser des échantillons

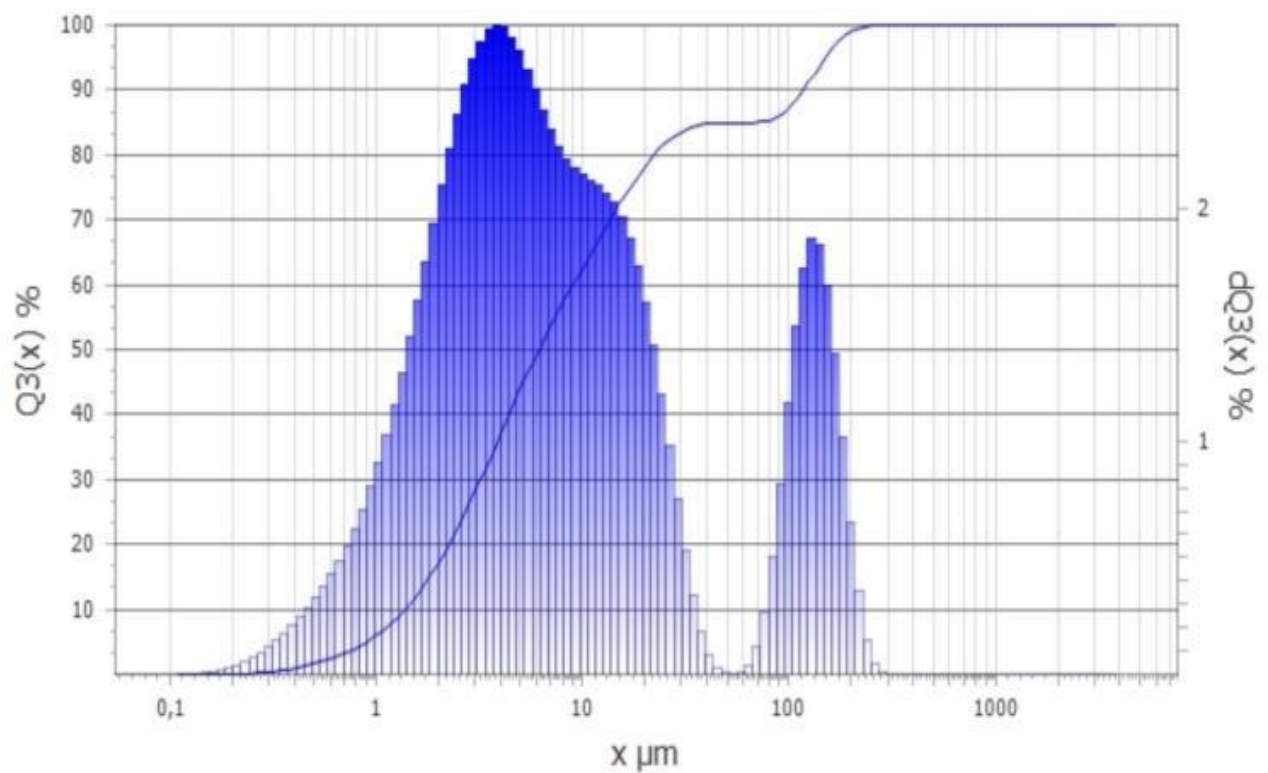
Ech.01

< μm	mean %	CV[%]	M302	M303	M304
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,37	2,03	0,4	0,4	0,4
1,00	5,18	1,79	5,1	5,2	5,3
3,00	25,26	1,72	24,8	25,2	25,8
5,00	40,84	1,75	40	40,7	41,8
10,00	59,37	1,81	58,1	59,2	60,8
30,00	81,00	2,02	79,2	80,7	83,1
50,00	84,48	1,45	83,4	83,8	86,2
100,00	86,91	0,72	86,8	86,2	87,7
300,00	99,97	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



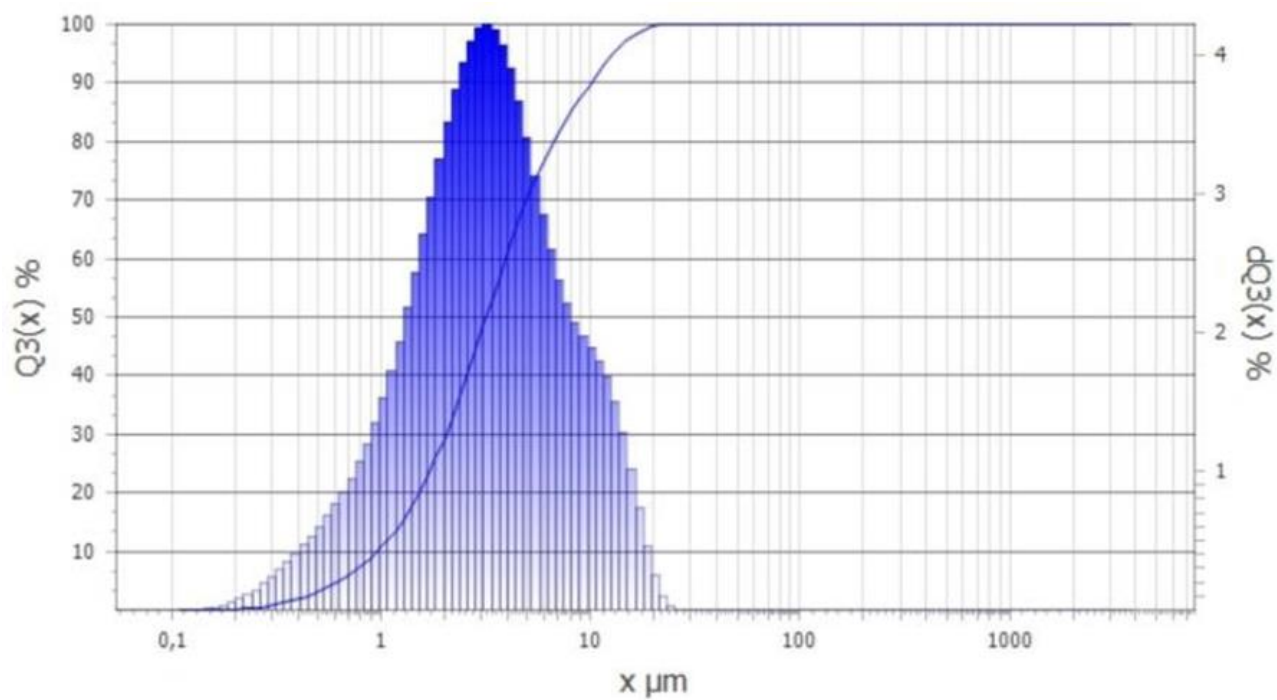
Ech. 2

< μm	mean %	CV[%]	M308	M309	M310
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,36	2,00	0,4	0,4	0,4
1,00	5,86	1,91	5,7	5,9	6
3,00	27,38	2,01	26,7	27,4	28,1
5,00	42,91	2,03	41,8	42,9	44
10,00	61,12	2,00	59,6	61,1	62,6
30,00	81,98	1,59	80,5	81,8	83,6
50,00	83,47	1,26	82,3	83,2	84,9
100,00	86,58	0,63	86	86,4	87,3
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



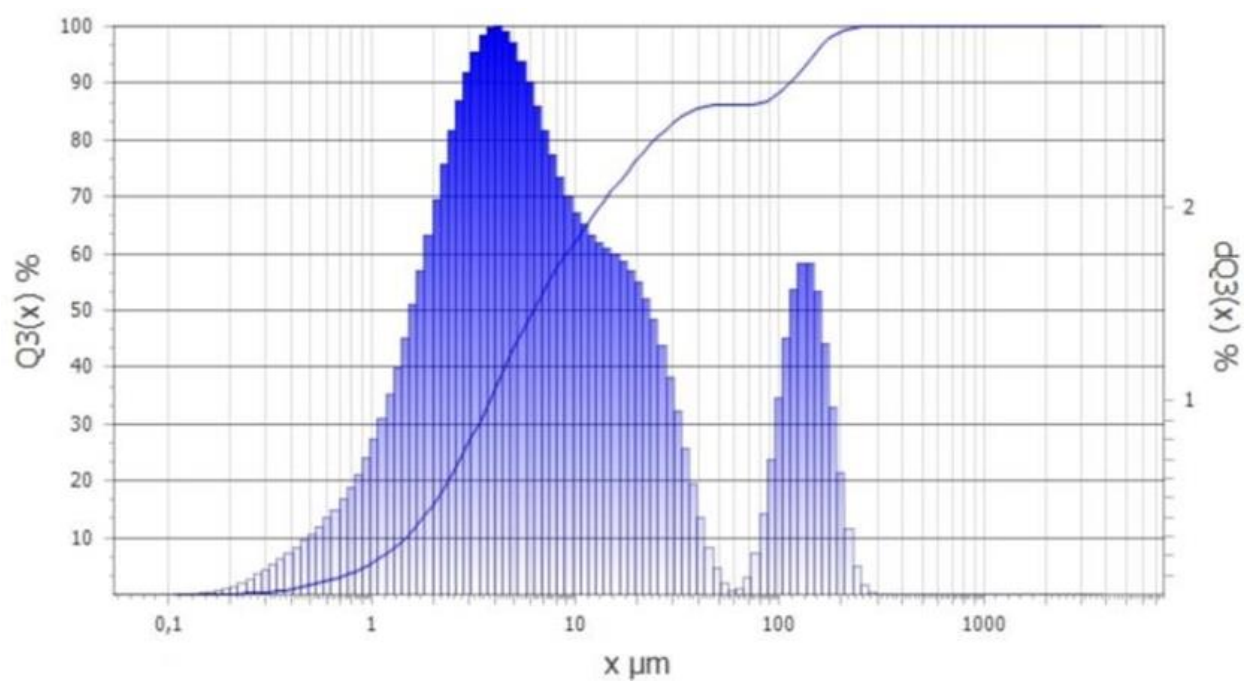
Ech. 3

< μm	mean %	CV[%]	M360	M361	M362
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,75	1,36	0,7	0,8	0,8
1,00	10,67	0,03	10,7	10,7	10,7
3,00	47,32	0,04	47,3	47,3	47,3
5,00	70,23	0,18	70,1	70,3	70,4
10,00	89,69	0,32	89,3	89,7	90
30,00	100,00	0,00	100	100	100
50,00	100,00	0,00	100	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



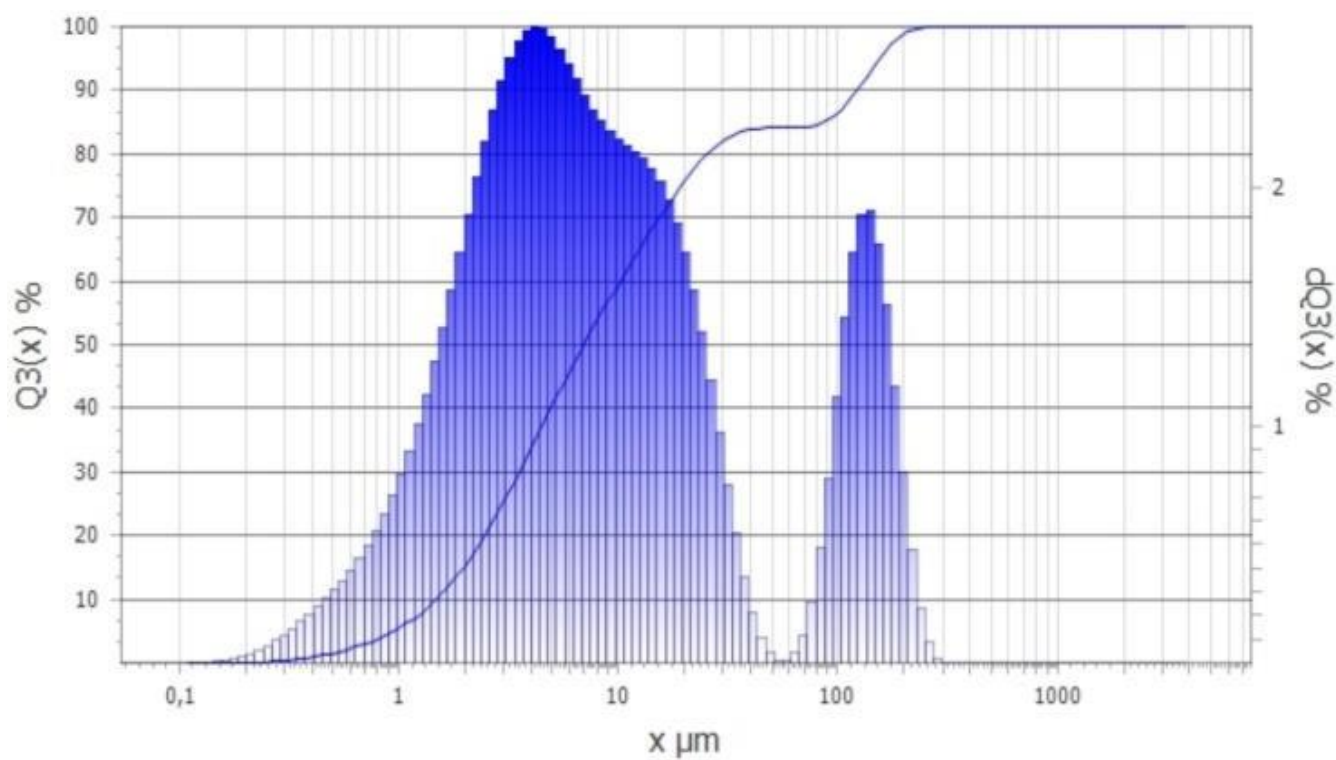
Ech. 4

< μm	mean %	CV[%]	M333	M334	M335
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,41	2,13	0,4	0,4	0,4
1,00	5,43	1,89	5,3	5,4	5,6
3,00	26,19	1,50	25,9	25,9	26,7
5,00	42,57	1,49	42,1	42,1	43,5
10,00	61,09	1,57	60,4	60,4	62,4
30,00	81,23	1,56	80,3	80,4	83
50,00	84,33	1,50	83,4	83,5	86,1
100,00	86,73	1,29	86,2	85,7	88,3
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



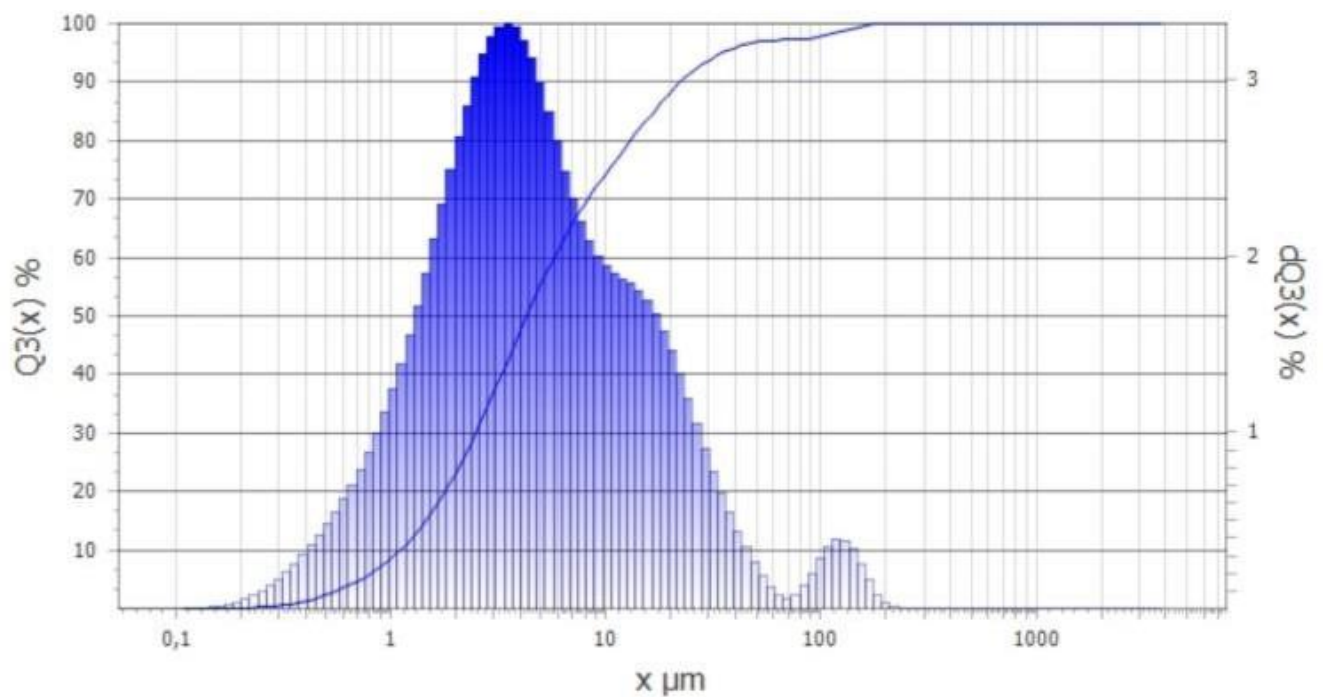
Ech. 5

< μm	mean %	CV[%]	M345	M346	M347
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,37	0,92	0,4	0,4	0,4
1,00	5,44	0,64	5,5	5,4	5,5
3,00	25,15	0,64	25,2	24,9	25,3
5,00	40,27	0,67	40,3	39,9	40,6
10,00	59,01	0,75	59	58,5	59,6
30,00	81,07	0,87	80,8	80,4	82
50,00	83,16	0,85	82,9	82,5	84,1
100,00	85,70	0,73	85,6	85	86,5
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



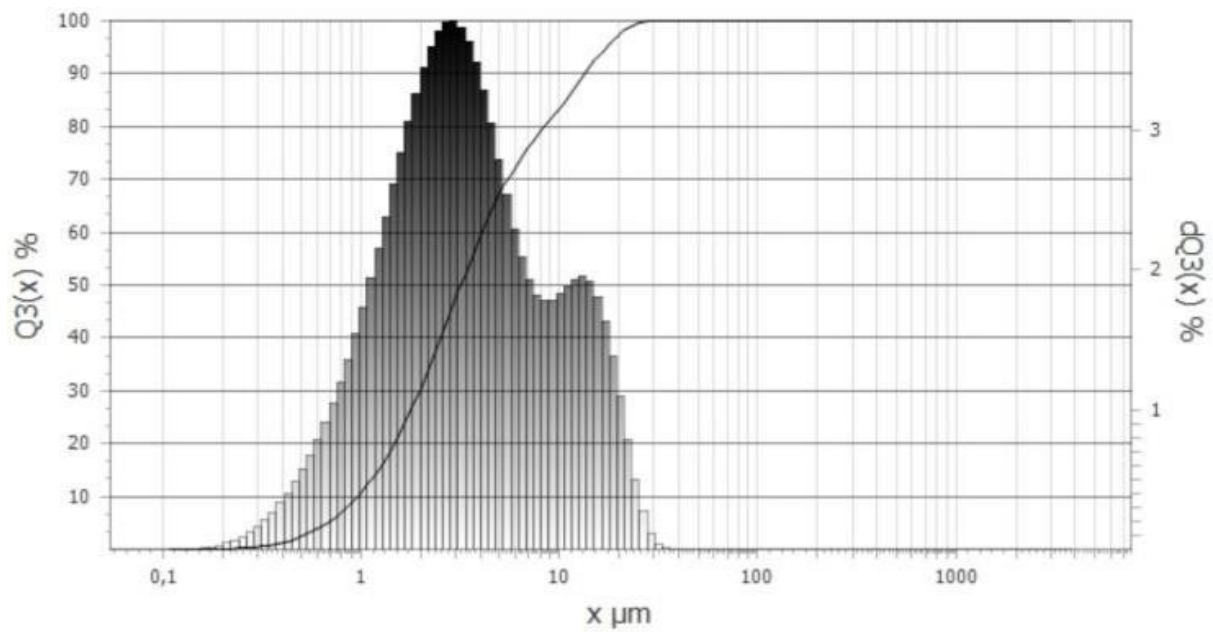
Ech. 6

< μm	mean %	CV[%]	M290	M291	M292
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,50	2,98	0,5	0,5	0,5
1,00	8,22	2,90	7,9	8,2	8,5
3,00	35,49	3,22	34,1	35,6	36,8
5,00	53,51	3,28	51,3	53,6	55,6
10,00	71,58	3,29	68,6	71,8	74,4
30,00	90,22	3,35	86,4	90,5	93,8
50,00	93,81	2,60	90,9	93,8	96,8
100,00	97,59	0,22	97,5	97,4	97,9
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



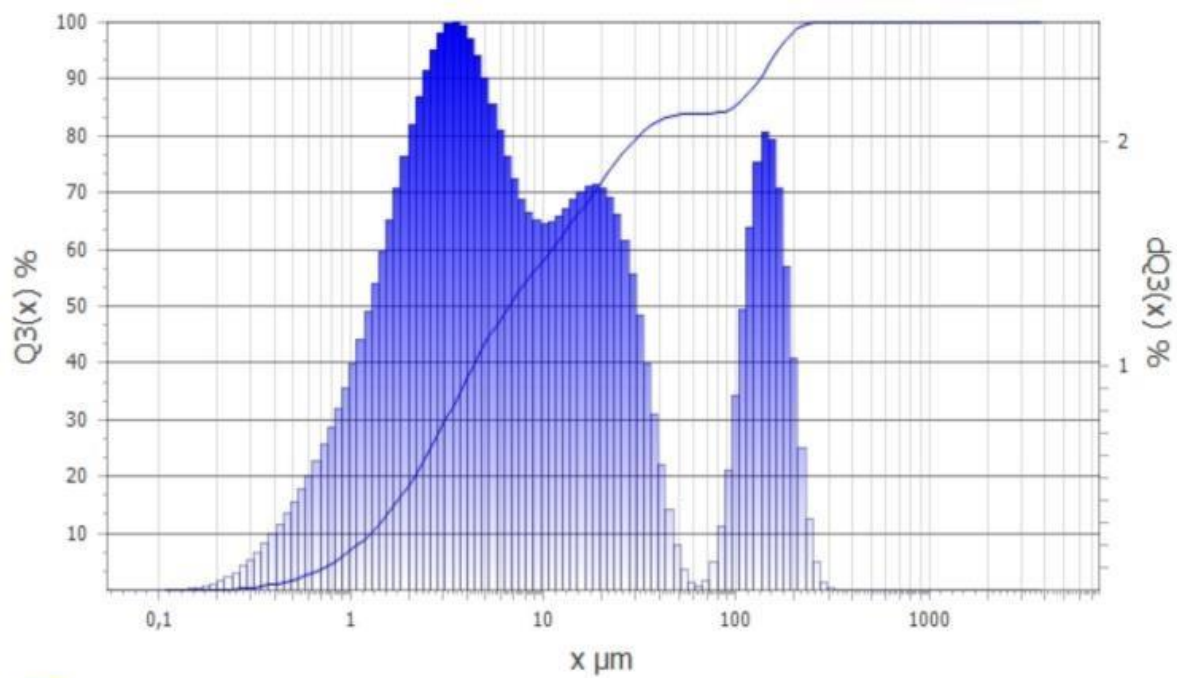
Ech.7

< μm	mean %	CV[%]	M384	M385	M386
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,47	0,71	0,5	0,5	0,5
1,00	10,69	0,31	10,6	10,7	10,7
3,00	47,61	0,25	47,5	47,6	47,7
5,00	67,49	0,29	67,2	67,5	67,7
10,00	84,09	0,48	83,6	84,2	84,5
30,00	99,97	0,01	99,9	100	100
50,00	100,00	0,00	100	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



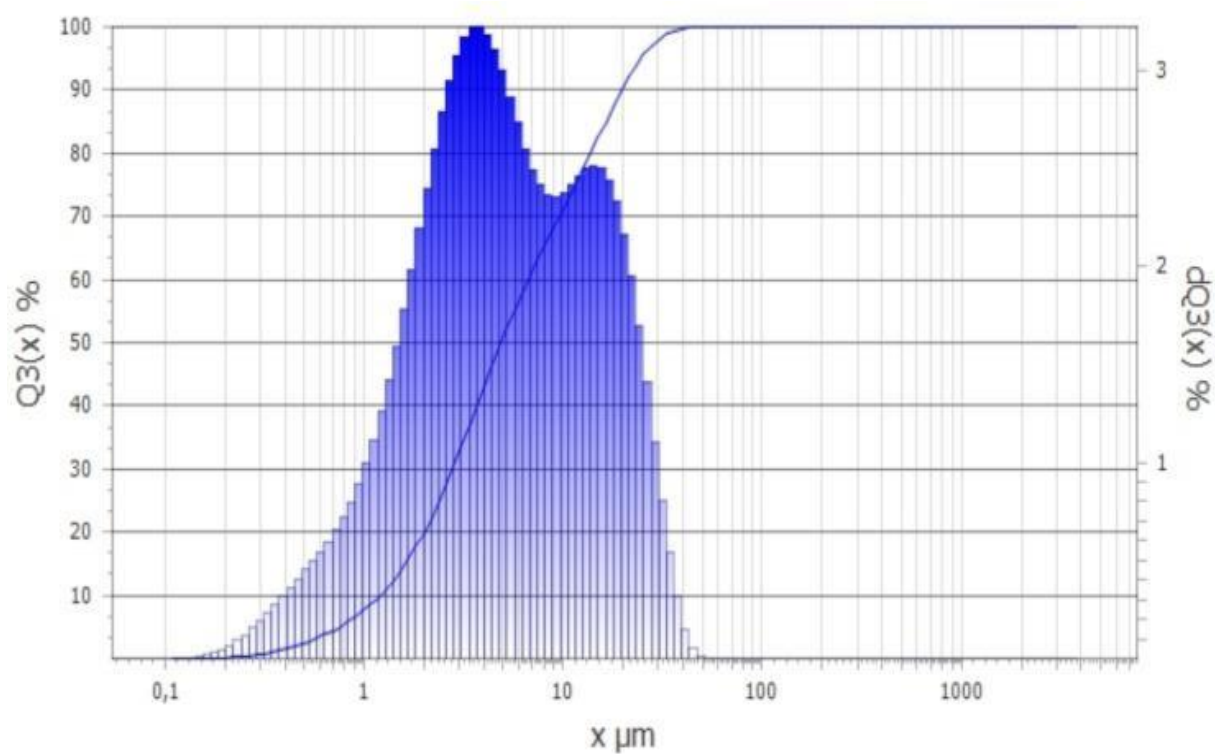
Ech.8

< μm	mean %	CV[%]	M342	M343	M344
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,41	2,03	0,4	0,4	0,4
1,00	7,10	3,02	7,4	6,9	7
3,00	29,71	2,98	31	29	29,1
5,00	44,23	2,68	45,9	43,3	43,5
10,00	59,14	2,32	61,1	58	58,3
30,00	80,05	1,82	82	78,6	79,5
50,00	84,32	1,59	86,2	83,1	83,7
100,00	86,36	2,09	88,9	84,8	85,4
300,00	99,99	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



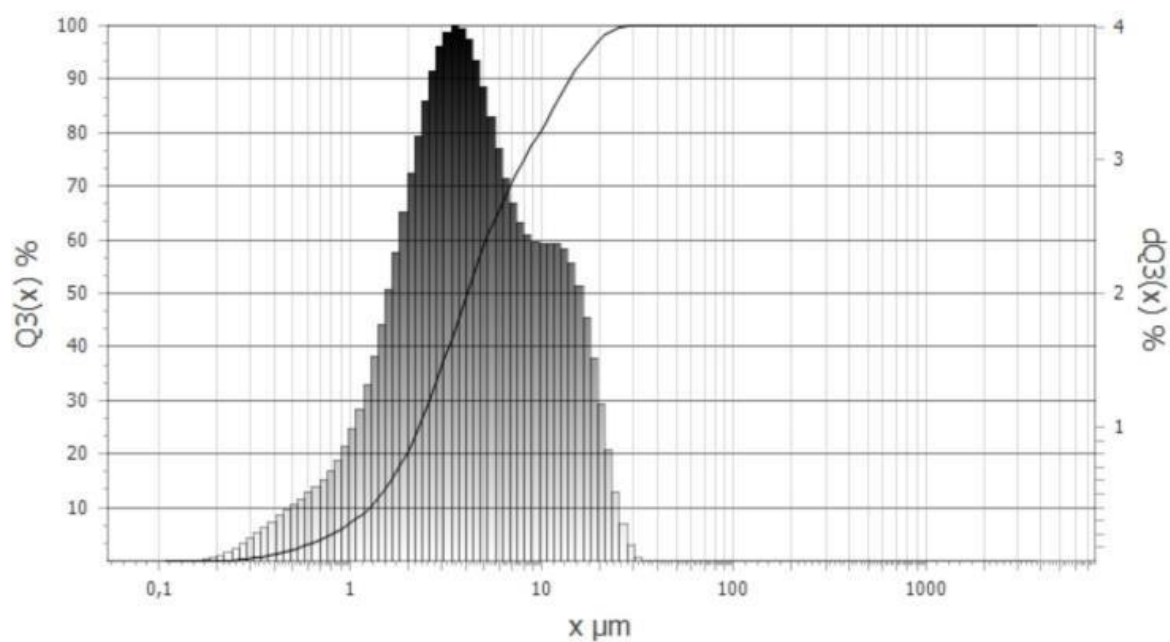
Ech.9

< μm	mean %	CV[%]	M348	M349	M350
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,61	2,49	0,6	0,6	0,6
1,00	7,70	0,28	7,7	7,7	7,7
3,00	32,76	0,26	32,9	32,8	32,7
5,00	50,91	0,12	50,8	50,9	51
10,00	70,91	0,36	70,6	70,9	71,2
30,00	97,36	0,57	96,7	97,4	98
50,00	99,96	0,03	99,9	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



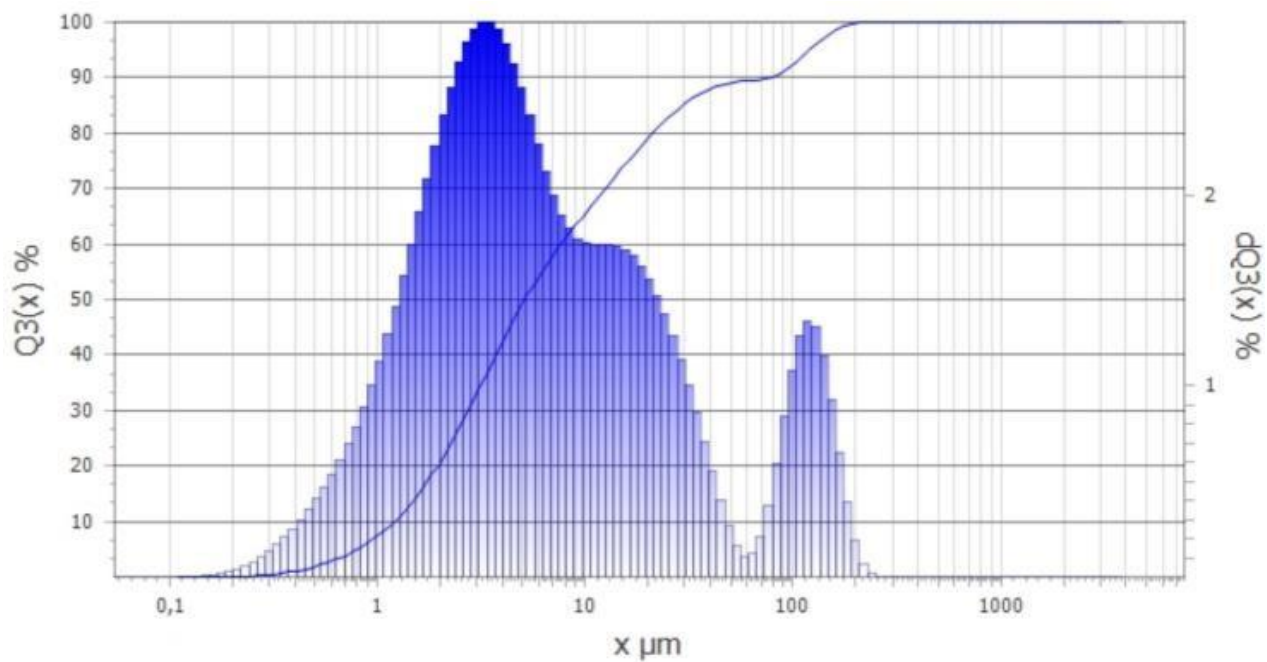
Ech.10

< μm	mean %	CV[%]	M317	M318	M319
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,41	8,64	0,5	0,4	0,4
1,00	6,85	2,45	7,1	6,9	6,6
3,00	36,13	0,60	36,4	36,1	35,9
5,00	58,89	0,08	58,9	58,9	58,8
10,00	81,19	0,28	80,9	81,2	81,5
30,00	99,96	0,01	99,9	100	100
50,00	100,00	0,00	100	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



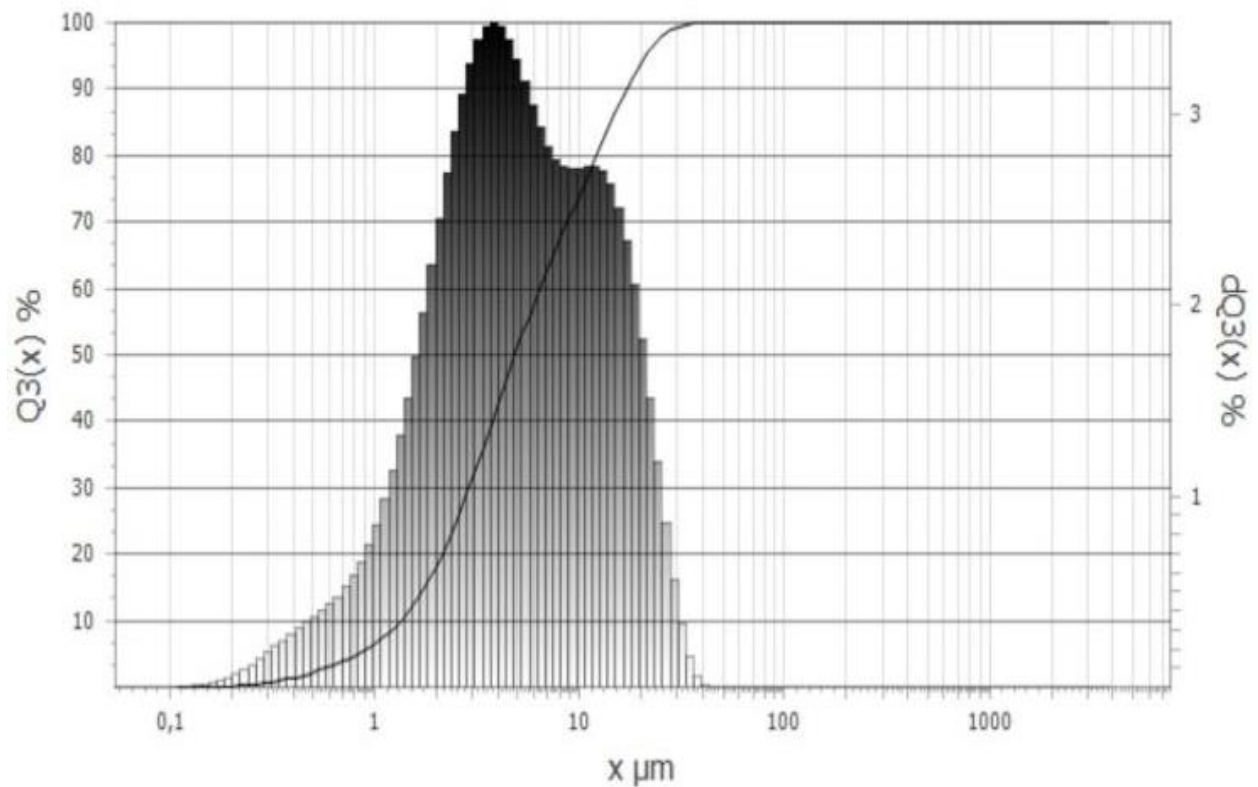
Ech. 11

< μm	mean %	CV[%]	M296	M297	M298
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,40	2,45	0,4	0,4	0,4
1,00	7,19	1,91	7	7,2	7,4
3,00	32,27	1,65	31,7	32,1	33
5,00	48,18	1,75	47,3	47,9	49,3
10,00	63,90	1,93	62,6	63,5	65,6
30,00	83,00	2,08	81,1	82,6	85,3
50,00	87,41	1,41	86,3	86,8	89,1
100,00	91,73	0,43	91,6	91,3	92,3
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



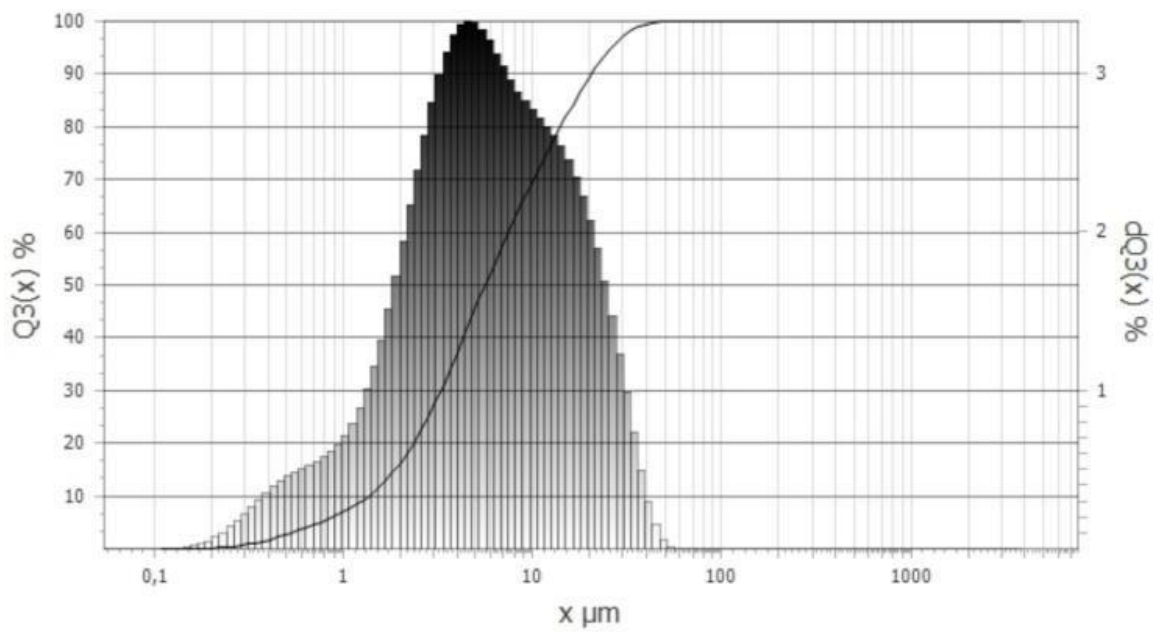
Ech 12

< μm	mean %	CV[%]	M326	M327	M328
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,60	5,47	0,6	0,6	0,6
1,00	6,35	1,52	6,5	6,4	6,2
3,00	31,29	0,36	31,4	31,3	31,1
5,00	51,32	0,14	51,2	51,4	51,3
10,00	74,46	0,33	74,1	74,6	74,6
30,00	99,55	0,12	99,4	99,6	99,7
50,00	100,00	0,00	100	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



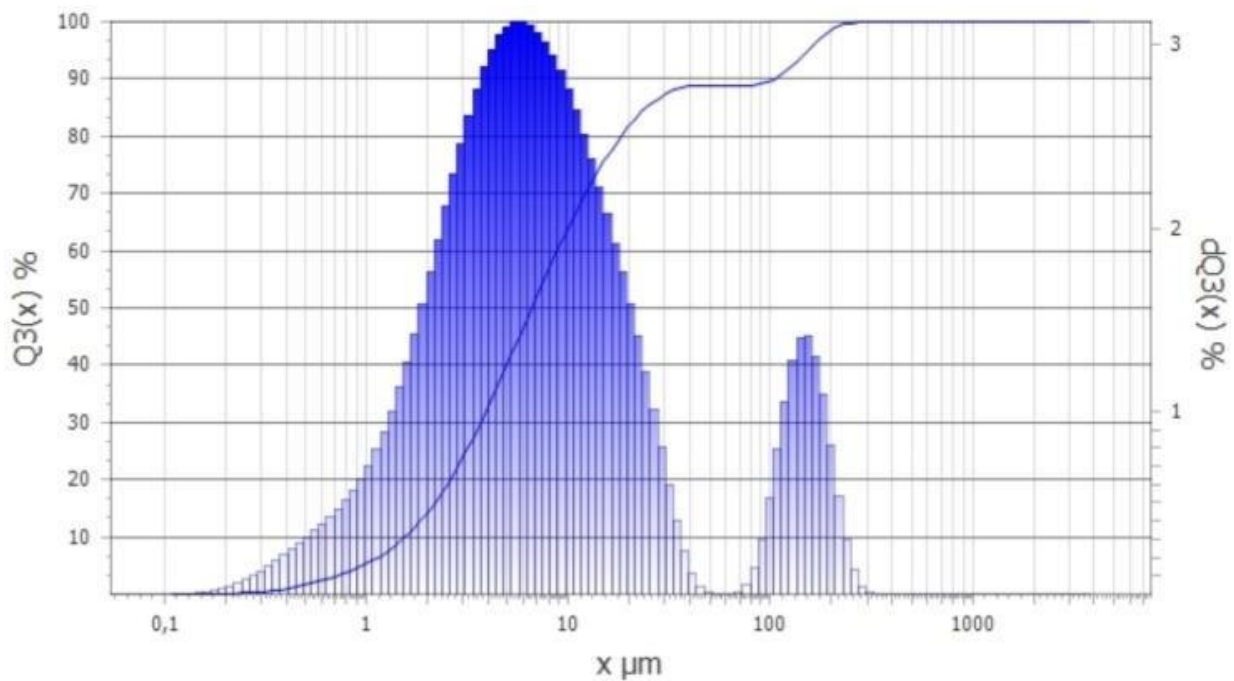
Ech.13

< μm	mean %	CV[%]	M323	M324	M325
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,67	4,92	0,7	0,7	0,6
1,00	6,89	2,28	7,1	6,9	6,7
3,00	26,60	1,50	27,1	26,6	26,1
5,00	45,25	0,68	45,6	45,2	44,9
10,00	69,63	0,06	69,7	69,6	69,6
30,00	97,57	0,32	97,1	97,7	97,9
50,00	99,98	0,01	100	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



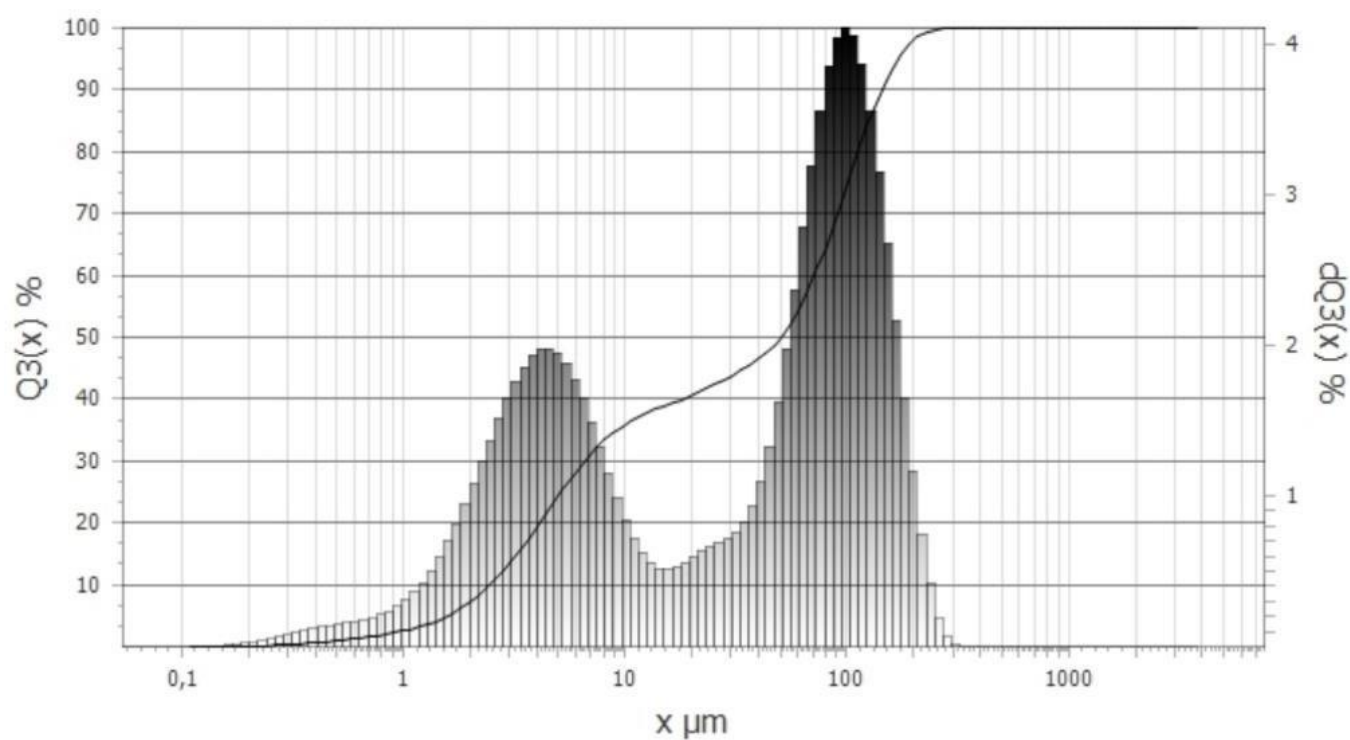
Ech 14

< μm	mean %	CV[%]	M305	M306	M307
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,40	2,91	0,4	0,4	0,4
1,00	5,21	2,28	5,1	5,2	5,3
3,00	23,23	2,29	22,5	23,4	23,8
5,00	39,36	2,52	38	39,7	40,4
10,00	62,44	2,91	60	63,1	64,3
30,00	85,26	2,76	82	86,4	87,4
50,00	87,19	2,28	84,4	88,3	88,8
100,00	88,25	1,96	85,8	89,3	89,7
300,00	99,98	0,01	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



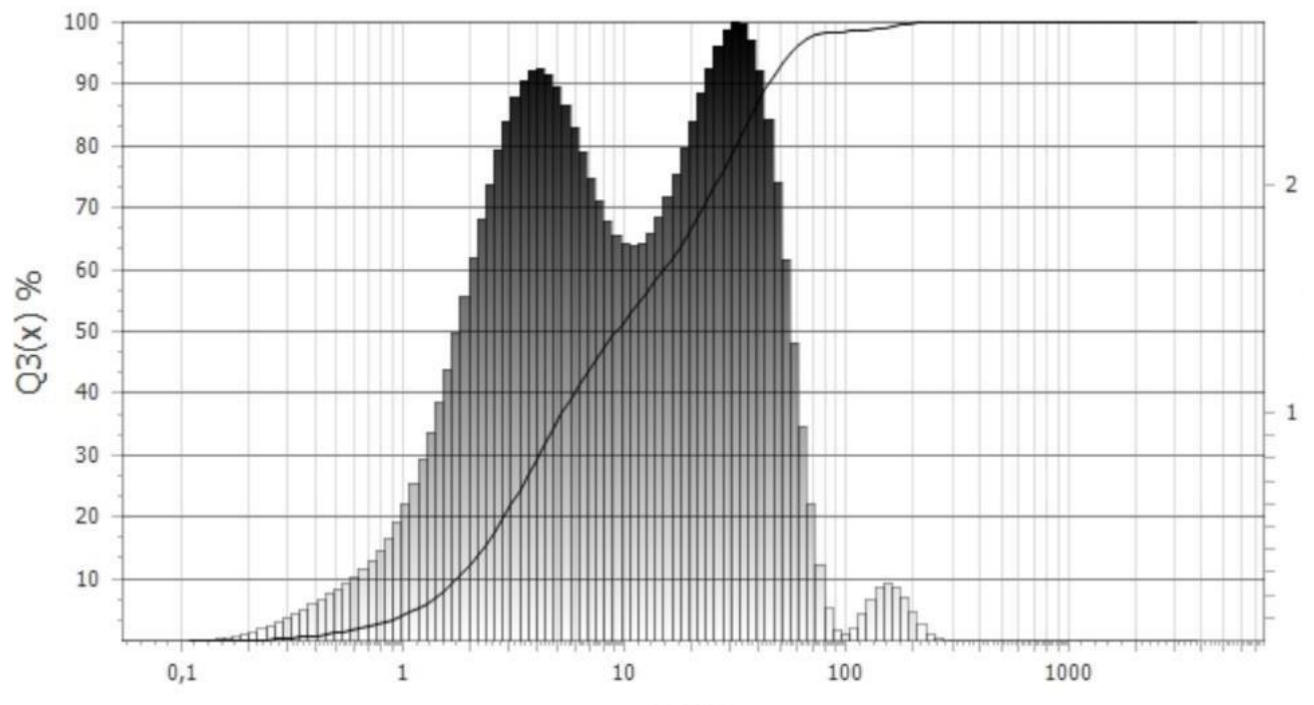
Ech.15

< μm	mean %	CV[%]	M375	M376	M377
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,39	19,51	0,3	0,4	0,5
1,00	3,38	19,00	2,5	3,5	4,1
3,00	17,94	19,02	13,5	18,6	21,7
5,00	32,69	19,20	24,4	34	39,6
10,00	48,25	19,27	36	50,2	58,5
30,00	58,34	19,01	43,7	60,7	70,6
50,00	62,73	15,80	49,9	64,2	74,1
100,00	77,30	4,37	74,6	75,2	82,1
300,00	99,99	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



Ech.16

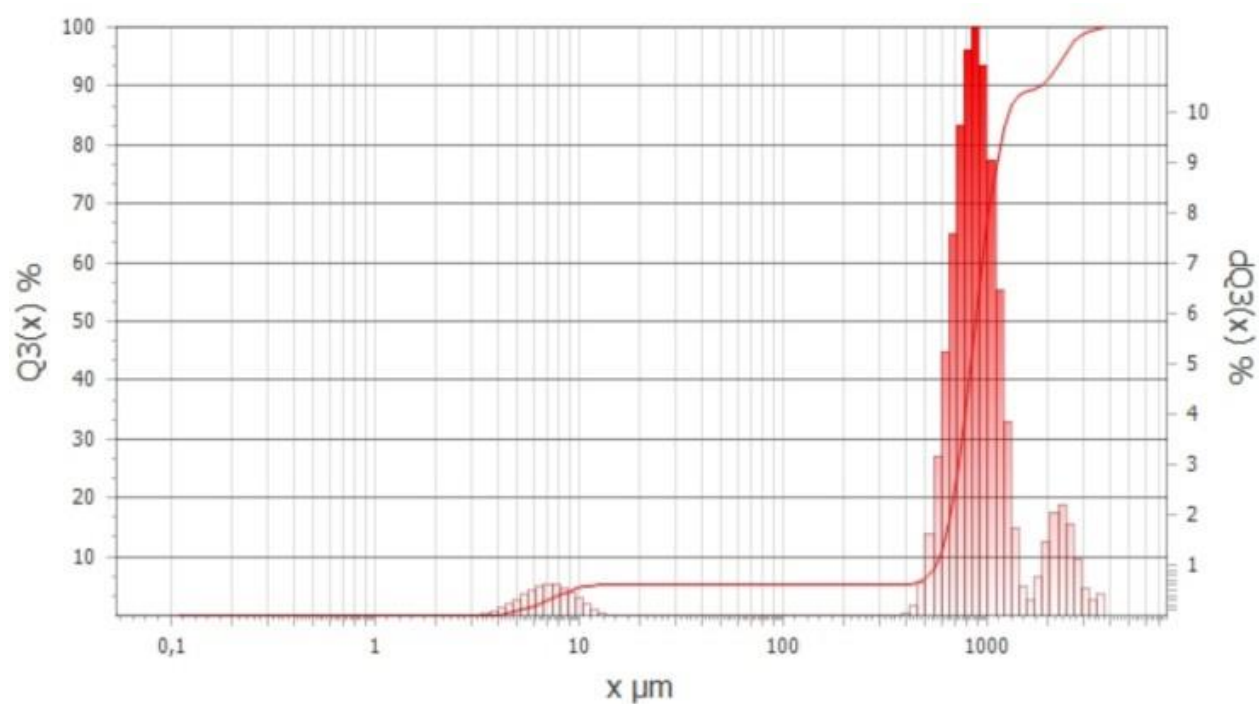
< μm	mean %	CV[%]	M354	M355	M356
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,36	2,28	0,3	0,4	0,4
1,00	4,21	2,17	4,1	4,2	4,3
3,00	21,92	2,02	21,3	22,1	22,4
5,00	36,56	2,00	35,6	36,8	37,3
10,00	53,14	1,89	51,8	53,4	54,2
30,00	80,38	1,88	78,4	80,8	82
50,00	94,79	1,47	92,9	95,3	96,2
100,00	99,50	0,70	98,5	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



Ech. 17, 18, 19 et 20 sont hydrophobes

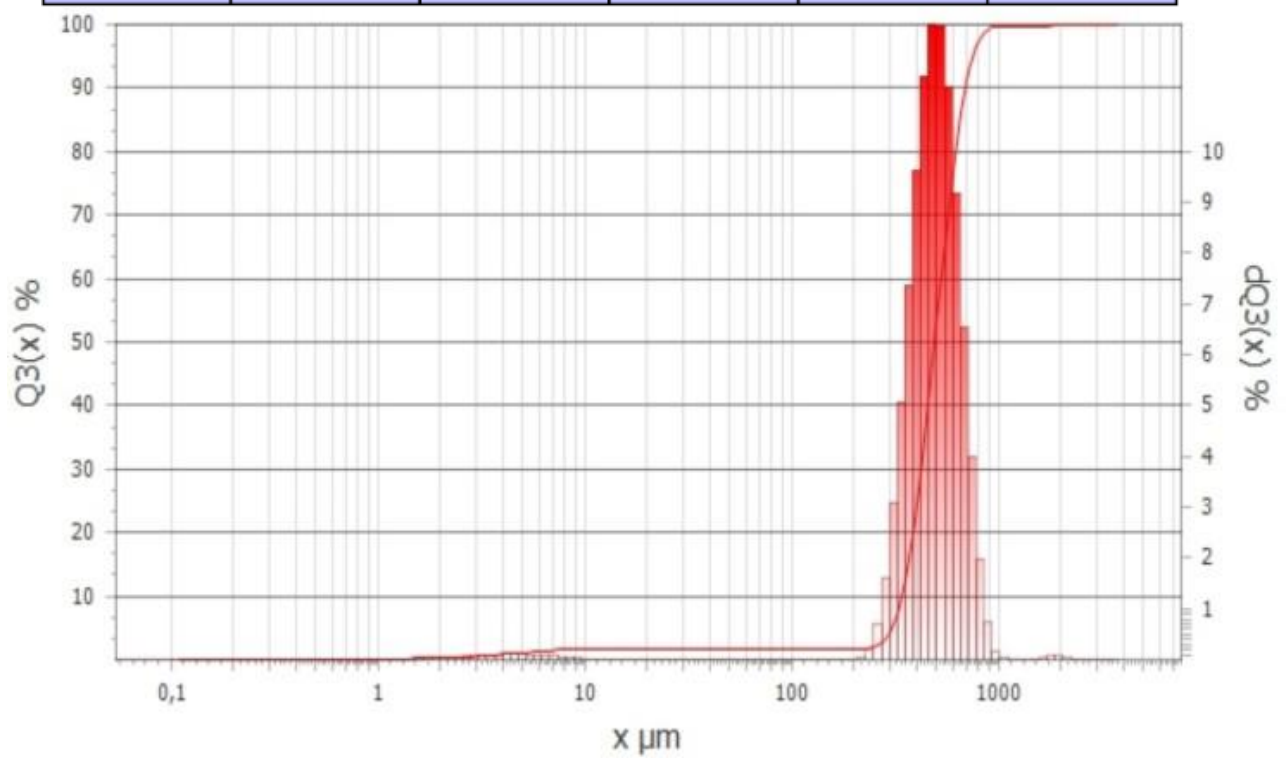
Ech.21

< μm	mean %	CV[%]	M278	M279	M280
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,00	0,00	0	0	0
1,00	0,00	0,00	0	0	0
3,00	0,00	0,00	0	0	0
5,00	0,44	39,45	0,3	0,7	0,4
10,00	3,38	36,80	1,7	4,6	3,8
30,00	3,89	37,17	1,9	5,2	4,5
50,00	3,89	37,17	1,9	5,2	4,5
100,00	3,89	37,17	1,9	5,2	4,5
300,00	3,89	37,17	1,9	5,2	4,5
500,00	4,76	39,25	2,1	6,1	6,1
1000,00	60,59	12,17	50,2	65,1	66,4
2100,00	89,47	2,37	89,5	92,1	86,9



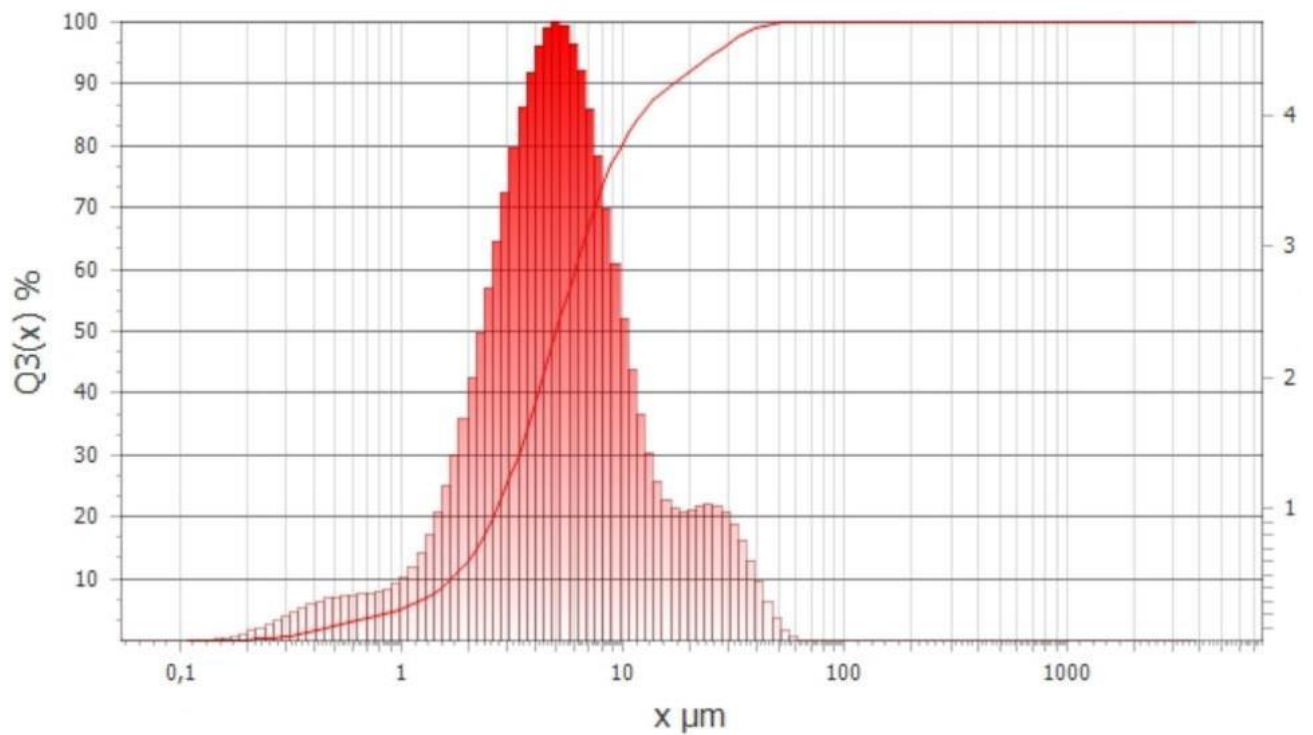
Ech.22

< μm	mean %	CV[%]	M281	M282	M283
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,02	0,00	0	0	0
1,00	0,12	5,88	0,1	0,1	0,1
3,00	0,51	7,02	0,6	0,5	0,5
5,00	1,09	8,78	1,2	1,1	1
10,00	1,62	9,96	1,8	1,6	1,4
30,00	1,65	10,07	1,9	1,6	1,5
50,00	1,65	10,07	1,9	1,6	1,5
100,00	1,65	10,07	1,9	1,6	1,5
300,00	4,60	19,09	5,7	4,5	3,6
500,00	52,06	6,06	55,8	52,3	48,1
1000,00	99,65	0,02	99,6	99,7	99,7
2100,00	99,93	0,01	99,9	99,9	99,9



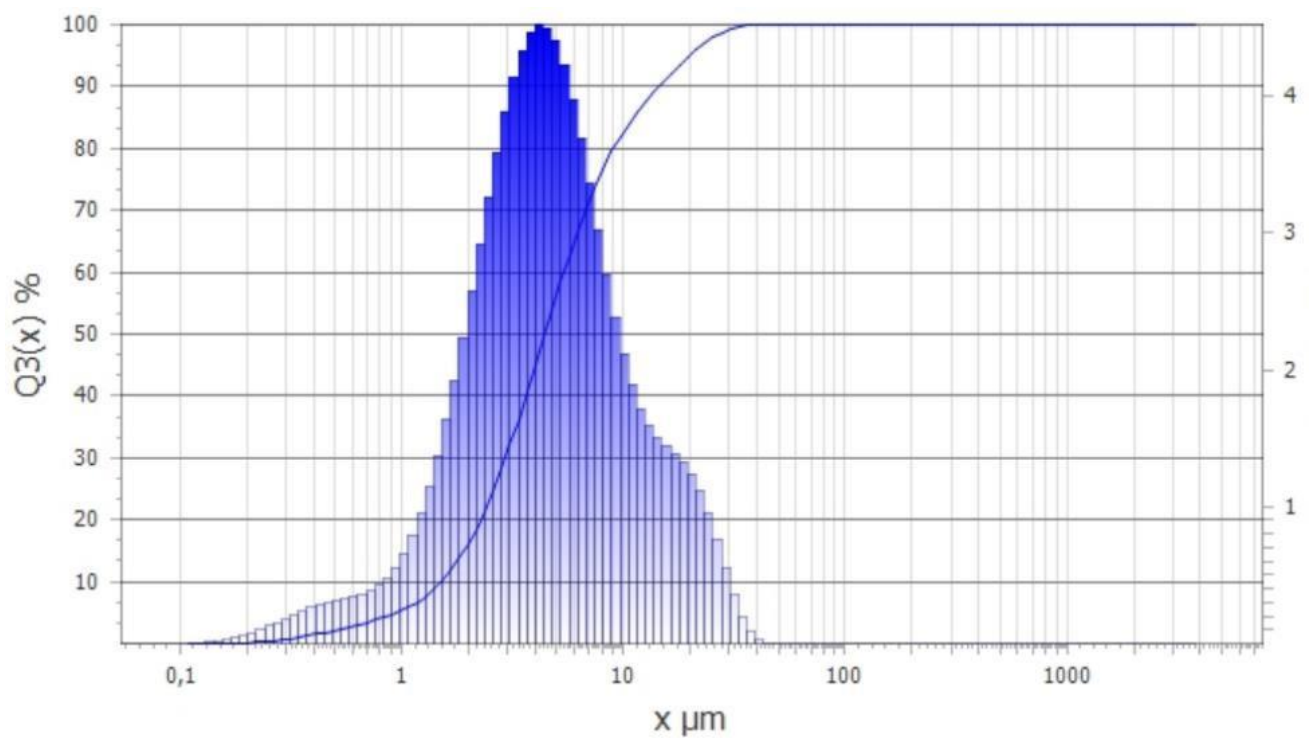
Ech.23

< μm	mean %	CV[%]	M275	M276	M277
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,58	26,72	0,4	0,7	0,7
1,00	4,36	27,12	2,7	5,2	5,2
3,00	21,14	27,13	13	25,3	25,1
5,00	41,81	27,33	25,6	50	49,8
10,00	67,50	27,60	41,2	80,7	80,6
30,00	80,81	27,58	49,3	96,6	96,5
50,00	83,73	27,20	51,5	99,8	99,8
100,00	83,92	27,11	51,7	100	100
300,00	85,13	24,71	55,4	100	100
500,00	95,88	6,07	87,6	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



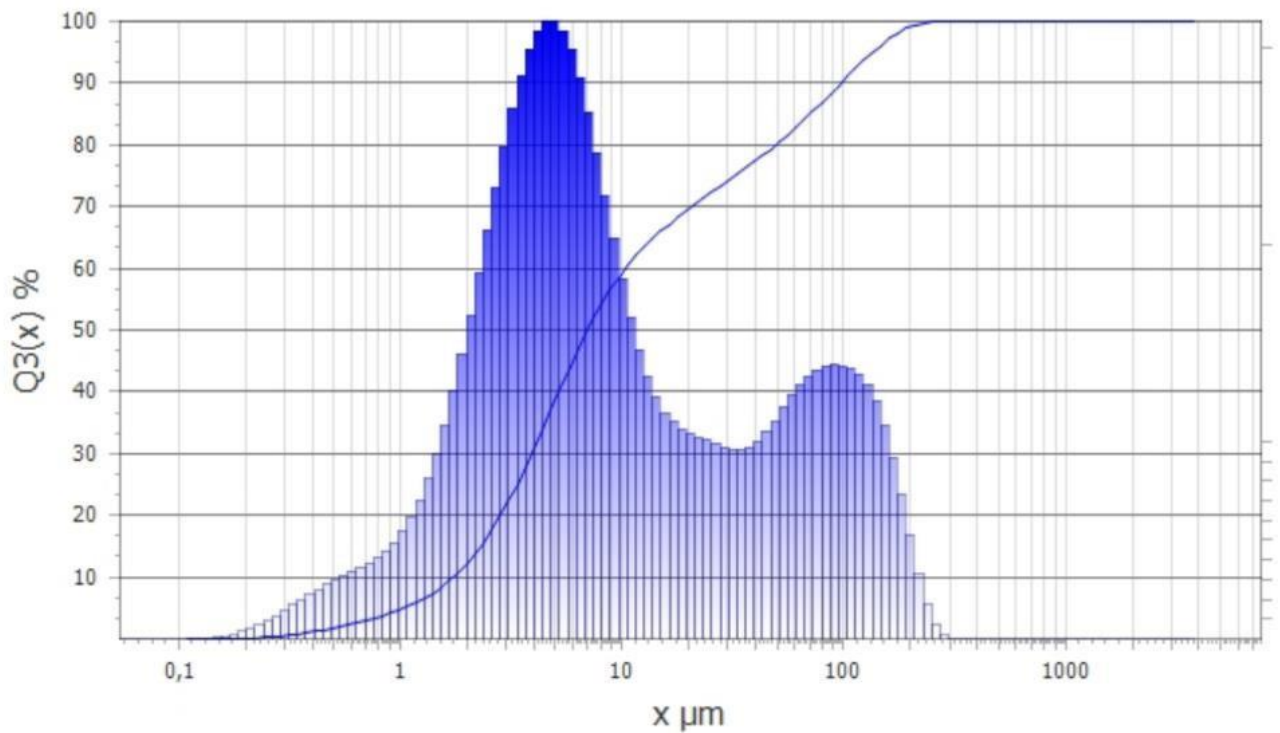
Ech.24

< μm	mean %	CV[%]	M320	M321	M322
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,68	1,17	0,7	0,7	0,7
1,00	5,36	0,65	5,3	5,4	5,4
3,00	30,74	0,61	30,5	30,7	31
5,00	55,90	0,59	55,5	55,8	56,3
10,00	82,07	0,53	81,6	82	82,7
30,00	99,05	0,18	98,9	99	99,3
50,00	100,00	0,00	100	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



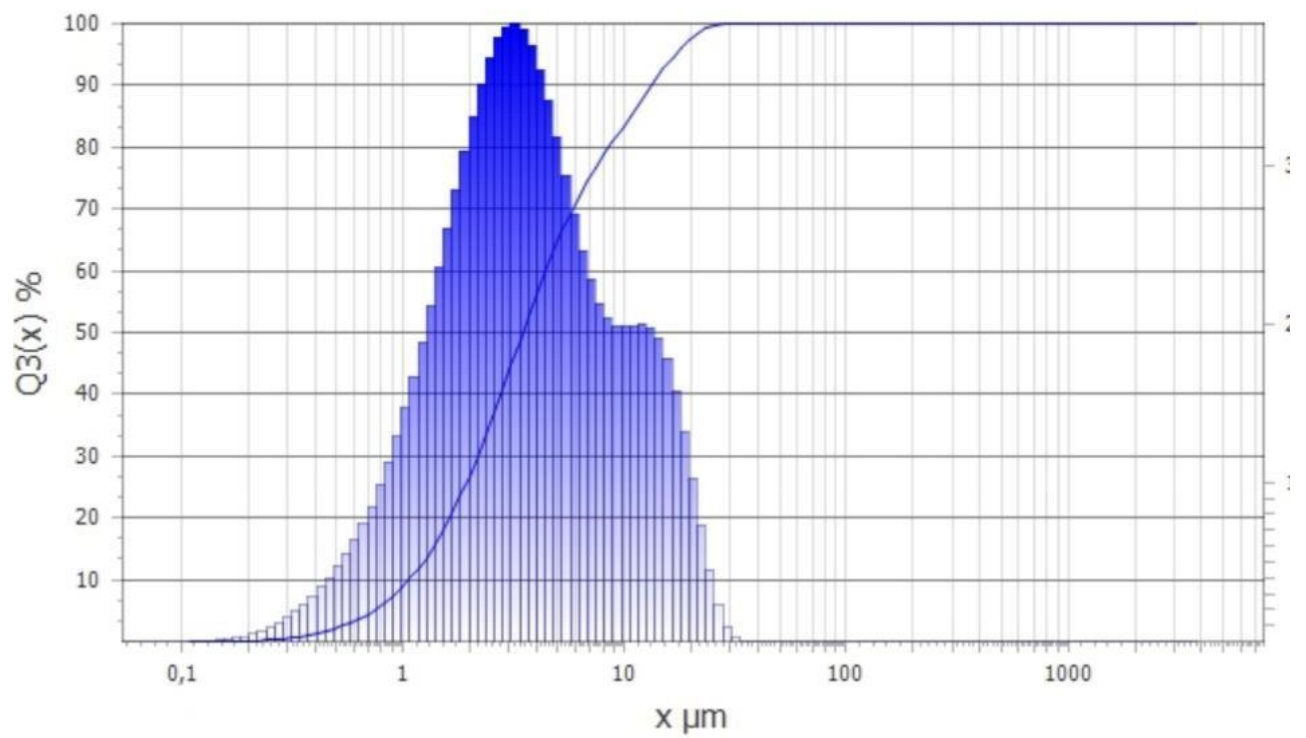
Ech.25

< μm	mean %	CV[%]	M287	M288	M289
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,44	10,24	0,4	0,4	0,5
1,00	4,31	9,22	3,8	4,3	4,8
3,00	19,48	8,80	17,5	19,3	21,7
5,00	34,71	9,15	31	34,4	38,7
10,00	52,95	9,47	47,1	52,5	59,3
30,00	66,25	9,54	58,9	65,6	74,3
50,00	72,76	7,62	66,7	71,5	80,1
100,00	89,71	1,15	90,5	88,3	90,4
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



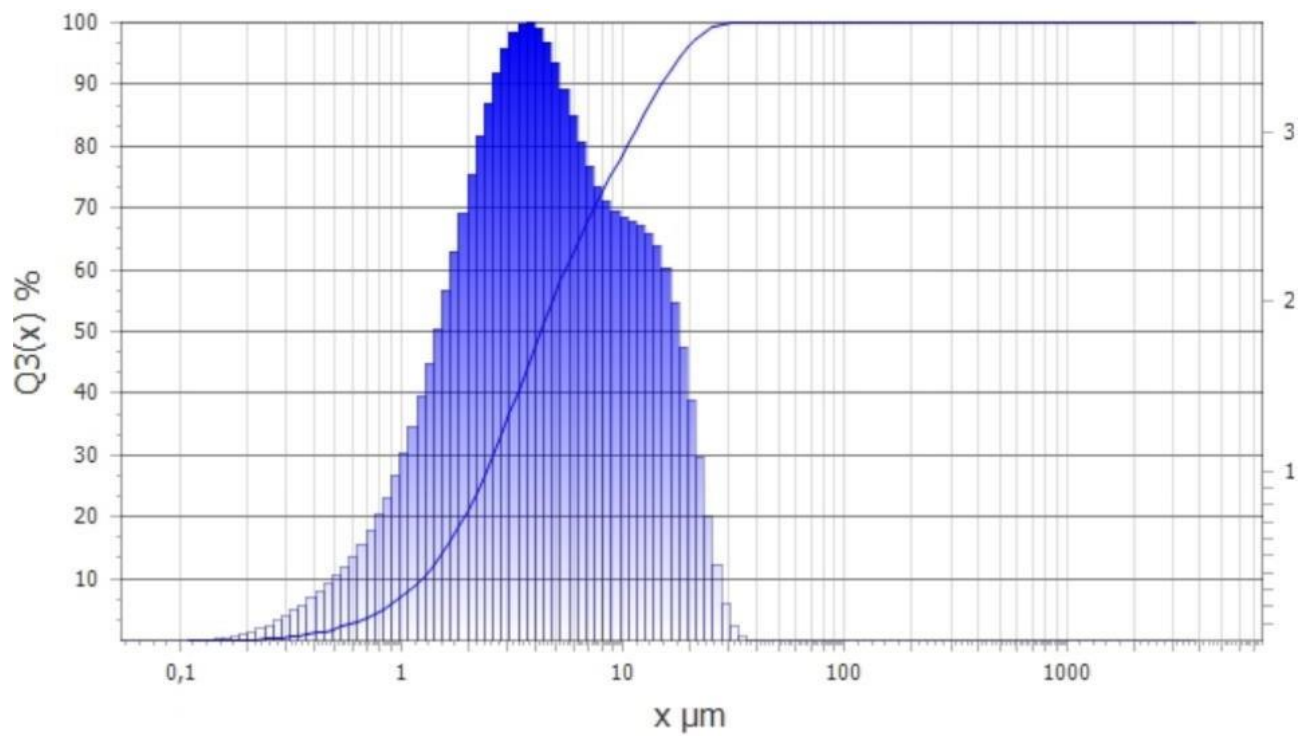
Ech.26

< μm	mean %	CV[%]	M363	M364	M365
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,47	0,38	0,5	0,5	0,5
1,00	8,93	0,12	8,9	8,9	8,9
3,00	43,60	0,06	43,6	43,6	43,6
5,00	64,82	0,10	64,7	64,9	64,9
10,00	83,56	0,17	83,4	83,6	83,7
30,00	99,95	0,01	99,9	100	100
50,00	100,00	0,00	100	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



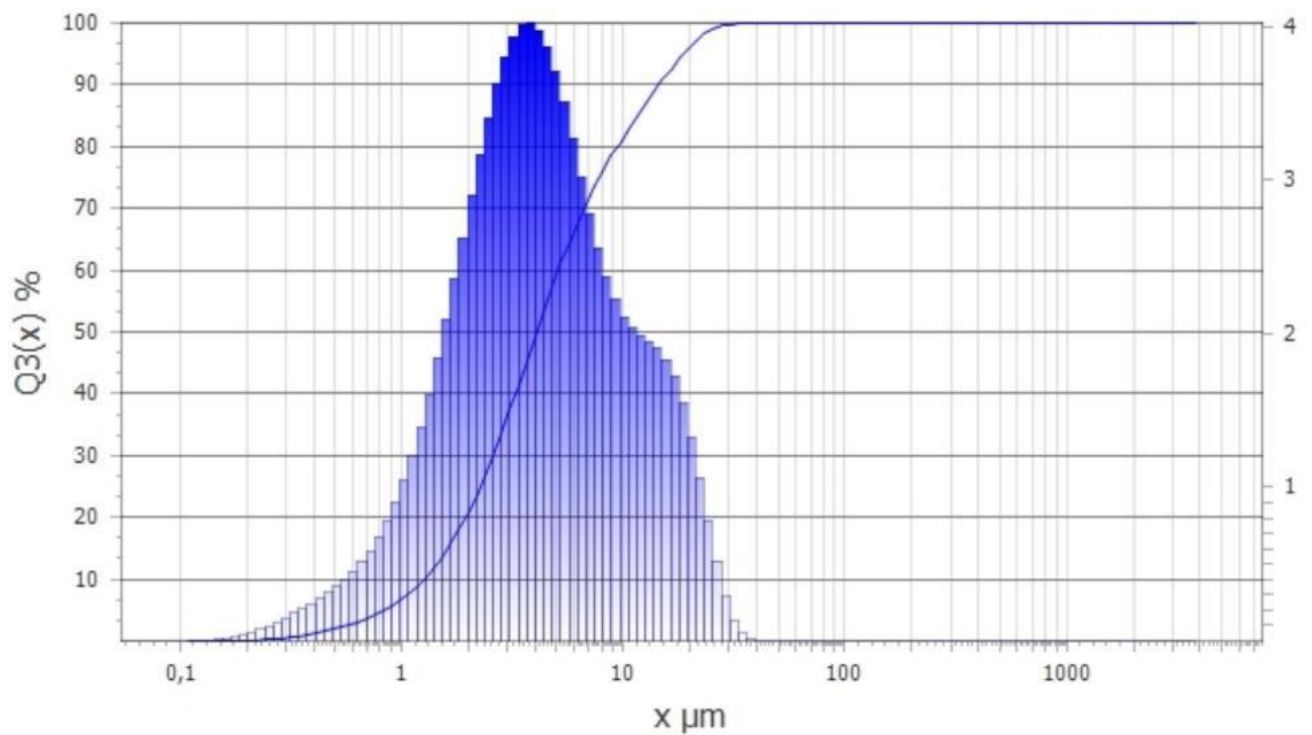
Ech.27

< μm	mean %	CV[%]	M366	M367	M368
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,47	0,21	0,5	0,5	0,5
1,00	7,07	0,22	7,1	7,1	7,1
3,00	35,49	0,39	35,3	35,5	35,7
5,00	56,21	0,33	56	56,2	56,4
10,00	78,75	0,22	78,5	78,8	78,9
30,00	99,85	0,01	99,8	99,9	99,9
50,00	100,00	0,00	100	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



Ech.28

< μm	mean %	CV[%]	M369	M370	M371
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,52	0,05	0,5	0,5	0,5
1,00	6,66	0,36	6,6	6,7	6,7
3,00	36,20	0,34	36	36,2	36,3
5,00	59,06	0,20	58,9	59,1	59,2
10,00	81,56	0,05	81,5	81,6	81,6
30,00	99,77	0,00	99,8	99,8	99,8
50,00	100,00	0,00	100	100	100
100,00	100,00	0,00	100	100	100
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100



Ech.29

< μm	mean %	CV[%]	M390	M391	M392
0,01	0,00	0,00	0	0	0
0,10	0,00	0,00	0	0	0
0,30	0,56	5,22	0,5	0,6	0,6
1,00	10,40	4,38	9,9	10,4	11
3,00	41,11	4,89	38,7	41	43,6
5,00	58,55	5,03	55	58,4	62,2
10,00	74,83	5,02	70,3	74,7	79,5
30,00	92,50	4,33	87,8	92,2	97,5
50,00	92,93	4,11	88,4	92,6	97,8
100,00	97,58	1,37	96	97,5	99,3
300,00	100,00	0,00	100	100	100
500,00	100,00	0,00	100	100	100
1000,00	100,00	0,00	100	100	100
2100,00	100,00	0,00	100	100	100

