



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة سعد دحلب بالبليدة



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Saad Dahleb de Blida 1

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

Spécialité : Master 2 en génie des matériaux

Mémoire de fin d'étude

**OPTIMISATION DE PROCEDE DE BLANCHIMENT DE
CARBONATE DE CALCIUM ALGERIEN**

Présentée par :

M^{lle}. RANDJA Amina

M^{lle}. ZEDDAM Marwa

Encadré par :

Pr ZERMENE Faiza

Mr HADJZIANE Sid-Ahmed

Année universitaire : 2024 /2025

ملخص

يُعد كربونات الكالسيوم (CaCO_3) معدنًا وفيرًا طبيعيًا في الجزائر، ويُستخدم على نطاق واسع في القطاعات الدوائية والتجميلية والصناعية. ومع ذلك، فإن حالته الخام غالبًا ما تفتقر إلى درجة البياض المطلوبة في بعض التطبيقات مثل معجون الأسنان، حيث تُعد المظهرية عاملاً مهمًا.

تركّز هذه الدراسة على تحسين بياض كربونات الكالسيوم المحلية من خلال معالجات كيميائية باستخدام بيروكسيد الهيدروجين (H_2O_2) و EDTA، بالإضافة إلى معالجات فيزيائية مثل الكلسنة والترطيب والكربنة، وذلك بهدف تحسين الخصائص الجمالية والوظيفية للمادة.

تم توصيف العينات المعالجة باستخدام الفحص البصري والتحليل بالأشعة السينية (XRF) والتحليل اللوني، ثم تم إدماجها في نموذج لصيغة معجون أسنان من أجل تقييم أدائها التجميلي. من بين النتائج، أظهر العلاج بـ 5% من بيروكسيد الهيدروجين بنسبة حجمية 20% محتوى من CaO بلغ 80.01%، بينما أعطى العلاج بـ EDTA بتركيز 0.1 مول/لتر وبحجم 50% محتوى من CaO بلغ 79.896%. وتشير هذه القيم إلى أن المعالجات كانت فعالة في رفع النقاء وتحسين درجة البياض.

الكلمات المفتاحية: كربونات الكالسيوم، التبييض، EDTA، H_2O_2 (بيروكسيد الهيدروجين)، الكربنة، معجون الأسنان، التحليل اللوني.

Summarize

Calcium carbonate (CaCO_3) is a naturally abundant mineral in Algeria, widely used in the pharmaceutical, cosmetic, and industrial sectors. However, in its raw state, it often lacks the desired whiteness for applications such as toothpaste, where visual appearance is important.

This study focuses on enhancing the whiteness of local calcium carbonate through chemical treatments specifically with hydrogen peroxide and EDTA as well as physical processes like calcination, hydration, and carbonation. The goal is to improve both aesthetic and functional properties.

The treated samples were characterized using visual inspection, X-ray fluorescence (XRF), and colorimetric analysis, then incorporated into a model toothpaste formulation to evaluate their cosmetic performance. Among the results, the treatment with 5% hydrogen peroxide (H_2O_2) at

20% volume yielded a CaO content of 80.01%, while the treatment with EDTA at a concentration of 0.1 M and volume of 50% resulted in a CaO content of 79.896%. These values indicate that the treatments effectively enhanced purity and whiteness.

Keywords : Calcium carbonate, Whiteness, EDTA, H₂O₂ (Hydrogen peroxide) ,Carbonation ,Toothpaste ,Colorimetric analysis.

Résumé

Le carbonate de calcium (CaCO₃) est un minéral naturellement très abondant en Algérie, largement utilisé dans les secteurs pharmaceutiques, cosmétique et industriel. Cependant, à l'état brut, il présente souvent une blancheur insuffisante pour certaines applications comme le dentifrice, où l'aspect visuel est essentiel.

Cette étude vise à améliorer la blancheur du carbonate de calcium local à travers des traitements chimiques, notamment avec du peroxyde d'hydrogène et de l'EDTA, ainsi que des procédés physiques tels que la calcination, l'hydratation et la carbonatation. L'objectif est d'optimiser à la fois les propriétés esthétiques et fonctionnelles du matériau.

Les échantillons traités ont été caractérisés par observation visuelle, fluorescence X (XRF) et analyse colorimétrique, puis intégrés dans une formulation optimisée de dentifrice afin d'évaluer leurs performances cosmétiques. Parmi les résultats obtenus, le traitement avec du peroxyde d'hydrogène à 5 % et un volume de 20 % a permis d'atteindre une teneur en CaO de 80,01 %, tandis que le traitement à l'EDTA à une concentration de 0,1 M et un volume de 50 % a donné une teneur en CaO de 79,896 %. Ces valeurs indiquent que les traitements appliqués ont effectivement permis d'améliorer la pureté et la blancheur du matériau.

Les mots clés : Carbonate de calcium, Blancheur, EDTA, H₂O₂, carbonatation, dentifrice, analyse colorimétrique.

Remerciement

Avant tout, nous rendons grâce à Dieu,

*Le tout-Puissant, qui m'a accordé la santé, la patience et la volonté
nécessaires pour mener à bien ce travail.*

Nous tenons à exprimer ma profonde gratitude à

Madame ZERMANE Faiza

Et Madame HADJ-ZIANE Amel

Et Monsieur HADJ-ZIANE Sidahmed

*Pour leur grande générosité, leur disponibilité malgré leurs nombreuses
responsabilités, ainsi que pour leurs conseils précieux et leur accompagnement
tout au long de ce mémoire. Leur rigueur scientifique et leur bienveillance ont été
pour moi une source constante de motivation.*

*Ainsi que l'ensemble des enseignants qui ont enrichi nos connaissances et
contribué à mon évolution tout au long de ces années d'études.*

*Nous souhaitons aussi remercier mes amis Melissa et collègues pour leur
soutien, leur bonne humeur et les moments de convivialité partagés, qui nous ont
permis de garder un équilibre essentiel durant cette période :*

LANDJAS Nihad

BENKACIMI Manel

BENTRIDI Oussama

RENDJA Renda

*Enfin, je remercie toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce
mémoire. Votre aide m'a été précieuse, et je vous en suis profondément reconnaissante.*



Dédicaces

À mes parents

Ma mère GUECHI Meriem

Et mon père RANDJA Redha

*Pour leur amour inconditionnel, leur soutien sans faille et leurs
encouragements constants tout au long de mes études.*

*À mon frère Adel et ma sœur Ryane Pour leur patience et leur
compréhension durant les moments difficiles.*

*À mes amis, Pour leur présence, leurs conseils et leurs mots
Réconfortants qui m'ont aidé à garder le cap.*

Et à ma binôme ZEDDAM Marwa pour son engagement

Constant et son esprit d'équipe. Merci

Enfin, à tous ceux qui, de près ou de loin,

Ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Merci du fond du cœur.

M^{lle}. RANDJA Amina





Dédicaces

*À ma chère maman, **BENHELAL Zoulikha**, pour son amour inestimable,*

Sa patience et ses prières qui m'ont portée dans les moments les plus difficiles.

*À mon père, **ZEDDAM Redha**, pour son soutien constant,*

Sa sagesse et sa confiance en moi. À ma sœur Safa,

Pour sa tendresse et sa présence rassurante. À mes amis,

*Et en particulier ma copine **LANDJAS Nihad**, pour leur écoute,*

Leur bonne humeur et leur présence bienveillante.

*Un remerciement tout spécial à ma binôme **RANDJA Amina**,*

Avec qui j'ai partagé chaque étape de ce travail.

Merci pour ta collaboration,

Ta persévérance et les efforts que nous avons

Fournis ensemble, main dans la main.



M^{lle}. ZEDDAM Marwa



TABLE DES MATIERES

Page

I. INTRODUCTION GENERALE.....	1
II. CHAPITRE I : GENERALITE SUR LE CARBONATE DE CALCIUM	
II.1. Généralité sur le carbonate de calcium.....	3
II.1.1- Description.....	3
II.1.2- Propriétés physico-chimiques et structurales du carbonate de calcium.....	3
II.1.3- Formes cristallines du carbonate de calcium.....	5
II.1.4- État de la production et dynamique du marché national du carbonate de calcium en Algérie.....	6
II.2. Aperçu sur les procédés de blanchiment.....	6
II.2.1- Définition et objectif de blanchiment.....	6
II.2.2- Paramètres influençant la blancheur du carbonate de calcium	8
II.2.3- Méthodes de blanchiments existantes.....	9
A. Méthodes chimiques	9
❖ Peroxyde d'hydrogène	9
❖ Acide éthylène diamine tétra-acétique	10
B. Méthodes physiques	10
II.2.4- Paramètres influençant le procédé de blanchiment	11
II.2.5- Purification du carbonate de calcium.....	12
II.3. Synthèse des travaux réalisés sur le carbonate de calcium.....	14
III. CHAPITRE II : MATERIEL ET METHODE	
III.1- Introduction.....	15
III.2- La matière première.....	15
III.2.1- Les étapes d'extraction du carbonate de calcium en Algérie.....	15
III.3- Procédé de blanchiment du carbonate de calcium.....	17
III.3.1- Matériel	17
III.3.2- Méthodes	18
a) Peroxyde d'hydrogène (H ₂ O ₂).....	18
b) Acide éthylènediaminetétraacétique (C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈).....	19
III.3.3- Analyse du carbonate de calcium traités chimiquement.....	20
III.4- Le procédé de purification du carbonate de calcium.....	21

III.4.1- Matériel	21
III.4.2- Méthodes	23
III.5- Formulation de dentifrice	26
III.5.1- Matériels.....	26
III.5.2- Méthode.....	26
III.5.3- Analyse rhéologique du dentifrice.....	27
IV. CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION	
IV.1. Caractérisation de l'échantillon ALCAL F15.....	28
a) La spectroscopie de fluorescence X	29
IV.2- Procédé de blanchiment de carbonate de calcium.....	31
IV.2.1- Peroxyde d'hydrogène	31
a) Observation visuelle.....	31
b) La spectroscopie de fluorescence X	35
IV.2.2- Acide éthylènediaminetétraacétique (C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈).....	39
a) Observation visuelle.....	39
b) La spectroscopie de fluorescence X	43
IV.2.3- Analyse colorimétrique des échantillons par chromamètre CR-400...	45
IV.3- Le procédé de purification du carbonate de calcium.....	47
IV.3.1- Calcination.....	48
IV.3.2- Hydratation.....	49
IV.3.3- Carbonisation.....	52
IV.4- Formulation du dentifrice	54
IV.4.1- Objectif	54
IV.4.2- Les caractérisations du dentifrice	55
a) Caractérisation physico-chimique.....	55
b) Caractérisation rhéologique.....	56
V. CONCLUSION GENERALE.....	59
VI. ANNEXE.....	61

Les références bibliographiques

LISTE DES ILLUSTRATIONS ET GRAPHIQUES

Figure II.1 : la structure cristalline de CaCO_3	3
Figure II.2 : les 3 Formes cristalline de CaCO_3	6
Figure II.3 : l'espace colorimétrique.....	7
Figure III.1 : Opérations de forage à El Madjen.....	16
Figure III.2 : Échantillons extraits après le forage à El Madjen.....	16
Figure III.3 : Filtration et broyage de la poudre après le traitement chimique.....	19
Figure III.4 : Schéma illustrant la préparation de la suspension de carbonate de calcium et l'ajout progressif de la solution d'EDTA à différentes concentrations sous agitation continue.....	19
Figure III.5 : Placement des poudres de carbonate de calcium dans des creusets avant le traitement thermique au four à moufle.....	23
Figure III.6 : Ajout progressif de la chaux vive à l'eau chaude sous agitation et mesure du pH.....	24
Figure III.7 : Injection contrôlée de CO_2 dans la suspension et suivi du pH pour optimiser la précipitation du carbonate de calcium.....	25
Figure III.8 : Poudre de carbonate de calcium (PCC) obtenue après séchage à 105°C	25
Figure III.9 : Échantillons de dentifrice : formulation sans traitement chimique et formulation avec traitement chimique.....	27
Figure IV.1 : Représente le carbonate de calcium « ALCAL F15 ».....	28
Figure IV.2 : Les caractérisations chimiques et physiques de la poudre ALCAL F15 sont présentées ci-dessus.....	28
Figure IV.3 : Caractérisation granulométrique de l'échantillon ALCAL F15.....	29
Figure IV.4 : Comparaison de la texture et de l'homogénéité des formulations de dentifrice (produit de référence à base de CaCO_3 non traité vs. CaCO_3 traité chimiquement).....	55

Figure IV.5 : Courbe d'écoulement du dentifrice à base de carbonate de calcium précipité non traité.....57

Figure IV.6 : Courbe d'écoulement du dentifrice à base de carbonate de calcium précipité après traitement chimique.....58

LISTE DES TABLEAUX

Tableau II.1 : Les Caractéristiques du carbonate de calcium (CaCO_3).....	4
Tableau III.1 : les appareils utilisés pour le procédé de blanchiment de CaCO_3	17
Tableau III.2 : les appareils utilisés pour le procédé de purification du carbonate de calcium.....	21
Tableau IV.1 : Concentrations élémentaires (en ppm ou %) des métaux légers présents dans l'échantillon de CaCO_3	30
Tableau IV.2 : Teneurs en éléments chimiques (sous forme d'oxydes) dans l'échantillon de CaCO_3 analysé par XRF.....	30
Tableau IV.3 : Résultats du Blanchiment de 10 g Carbonate de Calcium (ALCAL F15) avec un rapport (CaCO_3 /Eau) de 1 :5 par Peroxyde d'Hydrogène.....	33
Tableau IV.4 : Résultats du traitement chimique de 10 g carbonate de calcium par le peroxyde d'hydrogène.....	36
Tableau IV.5 : Résultats du Blanchiment de 10 g Carbonate de Calcium (ALCAL F15) avec un rapport (CaCO_3 /Eau) de 1 :5 par Acide éthylènediaminetétraacétique.....	40
Tableau IV.6 : Résultats du traitement chimique de 10 g carbonate de calcium par Acide éthylènediaminetétraacétique.....	44
Tableau IV.7 : Analyse colorimétrique des échantillons par chromamètre CR-400.....	46
Tableau IV.8: Résultats de la calcination de 100 g carbonate de calcium brut et traité chimiquement à 1000 °C pendant 1 h.....	48
Tableau IV.9 : Résultats de l'hydratation de la chaux vive ALCAL F15 pour les échantillons (1 et 2) avec rapport (CaCO_3 /Eau) 1 :5 avant et après traitement chimique.....	51
Tableau IV.10 : Évolution du pH lors de la carbonisation des échantillons ALCAL F15 au bout de 25 mn d'agitation, à un débit constant.....	53
Tableau IV.11 : Propriétés physico-chimiques des suspensions pour les deux essais (Produits de référence et le CaCO_3).....	56
Tableau V.1 : Certificat d'analyse du peroxyde d'hydrogène à 35 %.....	60

INTRODUCTION GENERALE

Le carbonate de calcium (CaCO_3) est un minéral naturel largement répandu dans la croûte terrestre, connu pour sa stabilité chimique, son abondance et ses multiples usages industriels [1]. En Algérie, cette matière première est disponible en grande quantité, ce qui en fait une ressource stratégique pour le développement de plusieurs secteurs, notamment les industries pharmaceutique, cosmétique, alimentaire, et plasturgique [2].

Parmi ses nombreuses propriétés, la blancheur du carbonate de calcium représente un critère de qualité essentiel, car elle influence directement l'aspect visuel et la pureté perçue du produit fini. Une poudre plus blanche est souvent associée à une meilleure qualité, ce qui est particulièrement important dans les applications à visée esthétique, telles que les dentifrices ou les poudres cosmétiques [3]. Cependant, le carbonate extrait naturellement présente souvent une teinte grisâtre ou jaunâtre, en raison de la présence d'impuretés minérales et métalliques [4]. Cette limitation nécessite des traitements complémentaires, destinés à améliorer la blancheur et à adapter le matériau aux exigences industrielles actuelles [5].

Dans cette optique, le blanchiment du carbonate de calcium devient un enjeu majeur. Plusieurs méthodes peuvent être mises en œuvre, principalement divisées en voies chimiques et voies physiques. D'un côté, les traitements chimiques permettent d'éliminer ou de neutraliser les éléments colorants à travers des réactions d'oxydation ou de complexation [6]. Parmi eux, le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) est largement reconnu pour sa capacité à décolorer les composés organiques et certaines impuretés par oxydation douce [7]. De même, l'EDTA (acide éthylène diaminetétraacétique) agit comme un agent complexant, capable de piéger les ions métalliques responsables de la coloration, tels que le fer ou le manganèse [8].

D'un autre côté, les procédés physiques comme la calcination, l'hydratation, et la carbonisation permettent de purifier le carbonate en modifiant sa structure ou en éliminant des phases indésirables [9]. Ces techniques ont pour but d'obtenir une poudre plus pure, avec une taille de grains maîtrisée et une meilleure blancheur.

Pour mieux comprendre l'effet de ces traitements sur la qualité du carbonate, l'étude a aussi testé son utilisation dans une pâte dentifrice. Le but était de voir si les améliorations de blancheur après traitement avaient un impact réel dans un produit cosmétique. Ce choix s'explique par le fait que la blancheur est très importante dans ce type de produit, à la fois pour

son efficacité (comme une abrasion douce et une bonne stabilité) et pour son aspect visuel (produit plus attrayant pour le consommateur) [10].

Ce travail de fin d'études a pour objectif d'étudier et d'améliorer la blancheur du carbonate de calcium algérien, en utilisant différents traitements chimiques et physiques. Il vise aussi à tester l'efficacité des échantillons traités en les ajoutant dans une formule cosmétique, pour voir comment les traitements influencent réellement leurs propriétés.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres principaux :

- **Le premier chapitre** présente des généralités sur le carbonate de calcium, ses propriétés physico-chimiques, ses formes cristallines, ses domaines d'application ainsi qu'un aperçu sur les différentes méthodes de blanchiment existantes, avec une attention particulière portée aux paramètres influençant la blancheur.
- **Le deuxième chapitre** décrit les matériaux et méthodes utilisés. Il comprend :
 - Les protocoles de traitement chimique à base de H_2O_2 et EDTA,
 - Le procédé de purification physique du carbonate (calcination, hydratation, carbonisation),
 - La formulation d'un dentifrice à base des échantillons obtenus.
- **Le troisième chapitre** présente les résultats des expériences réalisées, accompagnés de leur interprétation, incluant des observations visuelles, des analyses physico-chimiques et des tests de performance dans la formule finale.

À travers ce travail, nous espérons démontrer qu'il est possible, grâce à des méthodes simples, efficaces et peu coûteuses, d'obtenir un carbonate de calcium à haute blancheur, valorisable dans des secteurs industriels avec une forte valeur ajoutée. Ce projet s'inscrit ainsi dans une démarche de valorisation des ressources locales, contribuant à la substitution de matières importées par des matériaux transformés localement.

CHAPITRE I

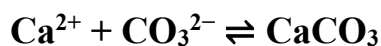
CHAPITRE I

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

II.1. Généralité sur le carbonate de calcium

II.1.1- Description

Le carbonate de calcium (CaCO_3) est une poudre blanche très abondante dans la nature, composé d'ions carbonate (CO_3^{2-}) et d'ions calcium (Ca^{2+}). Peu soluble dans l'eau pure, il se dissout en présence de CO_2 . [11]



On trouve le carbonate de calcium en abondance dans diverses roches en Algérie, notamment :

- a. **Le calcaire** : Une roche sédimentaire composée principalement de calcite, une des formes cristallines du CaCO_3 . On le trouve en : Constantine, Béjaïa, Skikda.
- b. **La craie** : Une forme tendre et poreuse de calcaire, constituée de microfossiles de coquilles. On le trouve en : Sétif, Batna, Tébessa.
- c. **Le marbre** : Une roche métamorphique résultant de la recristallisation du calcaire sous l'effet de la chaleur et de la pression. On le trouve en : Skikda, Bordj Bou Arréridj, Blida, Baraki.

II.1.2- Propriétés physico-chimiques et structurales du carbonate de calcium

a. Structure chimique

Le carbonate de calcium (CaCO_3) présente une structure cristalline variée :



Figure II.1 : la structure cristalline de CaCO_3 . [11]

b. Propriétés physico-chimiques

Le carbonate de calcium présente plusieurs propriétés importantes influençant son utilisation industrielle et scientifique :

- A. **Stabilité** : la calcite est chimiquement stable en conditions normales de stockage et d'utilisation, contrairement à l'aragonite et à la vaterite qui peuvent se transformer en calcite sur le long terme.
- B. **Réactivité acide** : réaction violente avec les acides concentrés avec dégagement abondant de CO_2 à l'ajout d'une goutte d'HCl (10 %) sur l'échantillon.
- C. **Toxicité** : non toxique en utilisation courante.

Tableau II.1 : Les Caractéristiques du carbonate de calcium (CaCO_3).

	Propriété	Valeur / description
Les propriétés atomique	Formule	CaCO_3
	Masse molaire	100,91 g.mol^{-1}
	Densité	2,83 g/ml à 20 °C
	Calcite	Structure rhomboédrique de paramètre $a=0,499 \text{ nm}$ et $c=1,706 \text{ nm}$
	Aragonite	Orthorhombique, de paramètre $a=0,496 \text{ nm}$ $b=0,797 \text{ nm}$, $c=0,574 \text{ nm}$. Se transforme en calcite à 520°C
	Vaterite	Hexagonale, de paramètre $a=0,713 \text{ nm}$ et $c=0,852 \text{ nm}$
Les propriétés chimiques	$\text{pK}_a (\text{CO}_2(\text{aq})/\text{HCO}_3^-)$	6,35
	$\text{pK}_{a2} (\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-})$	10,3
	$\text{pK}_s (\text{CaCO}_3)$	8,5 à 9
Les propriétés physiques	Apparition	Poudre ou des cristaux blancs inodores et insipides
	Masse volumique	- <u>Calcite</u> : 2,711 g.cm^{-3} - <u>aragonite</u> : 2,93 g.cm^{-3} - <u>vaterite</u> : 2,54 g.cm^{-3}
	pH	Environ 9 (suspension saturée à 25°C)

	Propriété	Valeur / description
Les propriétés physiques	Dureté	- <u>Calcite</u> : 3,00 - <u>Aragonite</u> : 3,5 à 4 - <u>Vaterite</u> : 2,54
	Solubilité	Dans l'eau A 25°C : 0,0013 g/100 g d'eau
Les propriétés thermiques	Point de fusion	Environ 1100 K ($\approx 827^\circ\text{C}$)
	Point de décomposition (décarbonatation)	Entre 825°C et 900°C , réaction endothermique nécessitant $\sim 396 \text{ kcal}\cdot\text{kg}^{-1}$ de CaCO_3

II.1.3- Formes cristallines du carbonate de calcium

Le carbonate de calcium (CaCO_3) est une ressource naturelle présente sous trois principales formes cristallines :

a. La calcite

La calcite appartient au système cristallin rhomboédrique centré. Sa structure résulte d'un agencement alterné d'ions calcium (Ca^{2+}) et de groupes carbonates (CO_3^{2-}), avec une inversion d'orientation entre les couches successives. Cette organisation donne naissance, lors de la précipitation, à une forme cristalline typique de type rhomboédrique. [12,13]

b. L'aragonite

L'aragonite présente une structure cristalline orthorhombique. Elle se forme généralement sous forme de cristaux allongés en aiguilles, pouvant parfois donner une apparence de symétrie hexagonale. Toutefois, à température ambiante, elle est instable et tend à se transformer spontanément en calcite avec le temps. [14]

c. La vaterite

Cette forme hexagonale du carbonate de calcium est très instable à température ambiante, en particulier en présence d'eau, ce qui rend ses propriétés encore mal définies. Elle se présente le plus souvent sous forme de lentilles, mais on peut également l'observer sous des formes ressemblant à des « roses des sables ». [15,16]



Figure II.2 : les 3 Formes cristalline de CaCO_3 . [15]

II.1.4- État de la production et dynamique du marché national du carbonate de calcium en Algérie

L'Algérie possède d'importantes réserves en carbonate de calcium, avec plusieurs unités de production en activité ou en développement, notamment à Mascara, El Khroub et Oum El Bouaghi. Bien que le pays importe encore une partie de ses besoins, les efforts d'industrialisation visent à renforcer l'autosuffisance et à envisager l'exportation. [17]

La production nationale repose essentiellement sur deux entreprises minières, ENG et ENOF, exploitant des gisements majeurs à l'Ouest et à l'Est du pays. Ces ressources témoignent d'un potentiel économique significatif dans ce secteur. [18,19]

À l'échelle internationale, les principaux producteurs sont les États-Unis, la Chine, l'Inde et certains pays européens, où le carbonate de calcium est utilisé à grande échelle dans les industries du papier, du plastique, de la peinture et de la construction. [20] Ce contexte mondial souligne l'importance stratégique de développer les ressources locales pour intégrer le marché international.

II.2. Aperçu sur les procédés de blanchiment

Les procédés de blanchiment visent à améliorer les caractéristiques optiques du carbonate de calcium pour répondre aux exigences industrielles :

II.2.1- Définition et objectif de blanchiment

La blancheur représente une propriété optique fondamentale du carbonate de calcium (CaCO_3), particulièrement déterminante dans sa valorisation industrielle. Elle est définie comme le pourcentage de lumière réfléchi par un échantillon comparé à un blanc de référence, généralement un disque de sulfate de baryum reconnu par l'ISO et la C.E.I., et mesurée à l'aide

d'un photomètre à réflectance. Cette caractéristique est cruciale dans les secteurs à forte exigence esthétique et optique tels que la fabrication du papier, des plastiques, des peintures et des cosmétiques. [21,22]

Historiquement, la blancheur était évaluée à l'aide du facteur de luminance « Y », selon le système colorimétrique xyY défini en 1931 par la Commission Internationale de l'Éclairage (CIE). Cependant, ce système montrait des limites, notamment dans la perception uniforme des différences de couleur. Pour y remédier, la CIE a introduit en 1976 l'espace colorimétrique CIELab (Lab*), offrant une meilleure correspondance avec la perception humaine. [23]

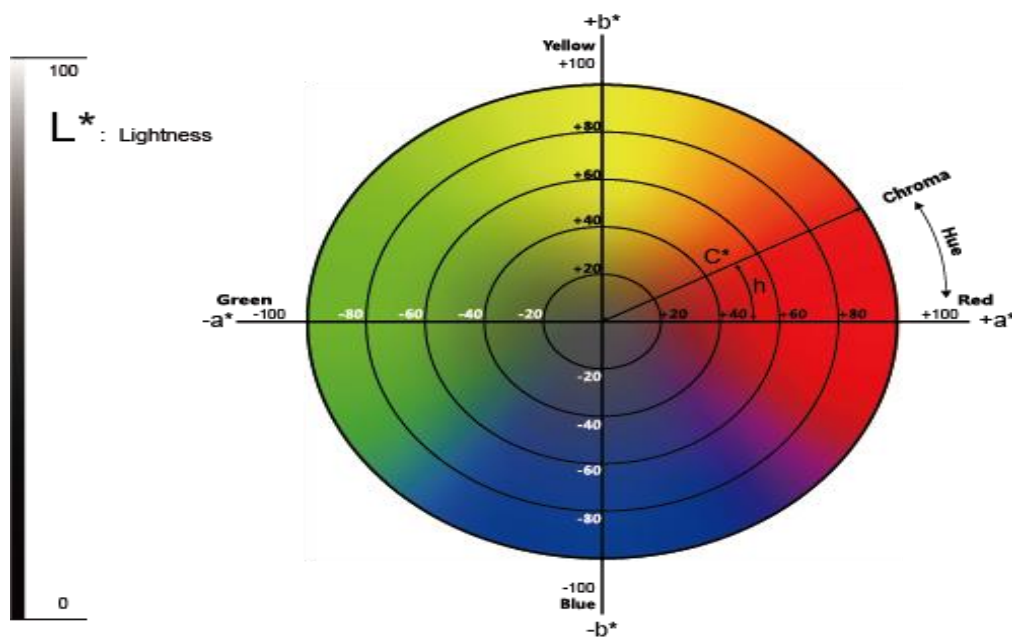


Figure II.3: l'espace colorimétrique. [23]

- L^* = indique la clarté (de 0 = noir à 100 = blanc)
- a^* = reflète l'axe rouge (positif) – vert (négatif)
- b^* = reflète l'axe jaune (positif) – bleu (négatif)

L'un des avantages majeurs de cet espace est la constance perceptuelle, c'est-à-dire que la distance entre deux points reflète fidèlement la différence de couleur perçue.

De nos jours, les fabricants de CaCO_3 préfèrent utiliser l'échelle « L^* », plus représentative de l'aspect visuel réel. Les instruments modernes permettent d'obtenir à la fois les valeurs « L » et « Y », reliées par la formule empirique :

$$L = 0,4415 \times Y + 56,308 \quad (\text{équation I.1})$$

Cependant, la précision des mesures peut être influencée par plusieurs facteurs : la nature de la lumière (naturelle ou artificielle), les spécificités de l'appareil de mesure, ou encore la sensibilité de l'observateur.

En Algérie, où les gisements de carbonate de calcium sont abondants mais souvent exploités à l'état brut, l'amélioration de la blancheur grâce à des procédés de purification permettrait d'éliminer les impuretés chromogènes (oxydes de fer, matières organiques, etc.) et d'augmenter significativement la pureté et la valeur ajoutée du produit. Ce développement technique offrirait une réelle opportunité pour renforcer l'usage local du CaCO_3 dans des produits finis, limiter son exportation brute, réduire la dépendance aux charges minérales importées, et stimuler la création d'une industrie nationale performante axée sur la transformation et la valorisation des ressources minérales algériennes.

II.2.2- Paramètres influençant la blancheur du carbonate de calcium

Le carbonate de calcium, provenant de la roche calcaire à forte teneur en CaCO_3 , est majoritairement constitué de CaO (99,9 %), avec de faibles proportions d'impuretés telles que le SiO_2 , l' Al_2O_3 et le Fe_2O_3 .

Les observations statistiques porteront donc sur ces éléments :

- **Fe_2O_3 (oxyde de fer)**

Même en faible quantité, le fer est un puissant facteur de coloration, donnant une teinte rougeâtre ou jaunâtre au carbonate de calcium. Sous l'effet de la chaleur ou lors du mélange avec certains additifs chimiques, le Fe_2O_3 peut se décomposer et provoquer un jaunissement, ce qui réduit la blancheur globale du produit. Pour une blancheur optimale, la teneur en fer doit être inférieure à 0,12%. [24]

- **SiO_2 (silice) et Al_2O_3 (alumine)**

Présents sous forme de quartz et corindon, ces oxydes sont abrasifs et n'influencent pas directement la couleur, mais leur présence affecte la pureté et la texture du carbonate. Une teneur élevée en silice peut aussi modifier la formation des silicates calciques lors de la calcination, impactant indirectement la blancheur. [25]

- **CaO (oxyde de calcium)**

C'est l'élément dominant qui influence positivement la blancheur. Plus la teneur en CaO est élevée, plus le produit final est blanc. Le CaO provient de la calcination du carbonate de calcium et joue un rôle direct dans l'intensité de la blancheur. [26]

- **Autres impuretés**

Le manganèse, les matières insolubles dans l'acide chlorhydrique, les argiles, la matière organique peuvent aussi dégrader la blancheur. Un calcaire clair (cyan, gris clair) est généralement plus pur et plus blanc, tandis que les calcaires avec des teintes jaunes, roses ou tachetées ont plus d'impuretés.

II.2.3- Méthodes de blanchiments existantes

Plusieurs techniques ont été développées pour améliorer la blancheur du carbonate de calcium, notamment par des traitements chimiques ciblés :

a. Méthodes chimiques

Ces méthodes consistent à utiliser des réactifs spécifiques pour éliminer ou modifier les impuretés responsables de la coloration :

❖ Peroxyde d'hydrogène

Le peroxyde d'hydrogène est un oxydant puissant largement utilisé pour blanchir les matériaux minéraux :

1- Nature et propriétés du peroxyde d'hydrogène :

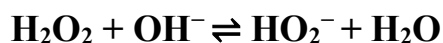
Le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), aussi connu sous le nom d'eau oxygénée, est un liquide incolore présentant une miscibilité totale avec l'eau. Ses fortes propriétés oxydantes en font un agent de blanchiment largement employé dans diverses industries. Sa réactivité s'intensifie significativement en milieu basique, où la formation d'espèces ioniques réactives accroît son activité. Néanmoins, sa stabilité demeure limitée, car il se décompose aisément, particulièrement sous l'effet de températures élevées ou en présence de traces d'ions de métaux de transition (Fe^{3+} , Cu^{2+} , Mn^{2+}), générant alors des radicaux libres non sélectifs. [27]

2- Mécanisme chimique du blanchiment :

L'efficacité du blanchiment par le peroxyde d'hydrogène repose principalement sur sa dissociation en ion perhydroxyle (HO_2^-), une espèce chimique plus réactive que la molécule de H_2O_2 elle-même. Cette transformation s'établit selon l'équilibre suivant :



L'ajout d'un alcali fort, tel que l'hydroxyde de sodium (NaOH), permet de neutraliser les ions H^+ , ce qui déplace l'équilibre vers la droite et augmente la concentration en ions perhydroxyle (HO_2^-). Une seconde réaction, favorisée par un excès de base, est également observée :



L'ion perhydroxyle ainsi formé agit de manière préférentielle sur les groupements chromophores – les structures responsables de la coloration en les oxydant sélectivement. Ce processus contribue à l'éclaircissement progressif de la pâte. [28,29]

❖ Acide éthylène diamine tétra-acétique

L'EDTA est un agent complexant efficace pour piéger les ions métalliques colorés et purifier le carbonate :

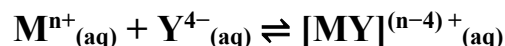
1- Nature et Propriétés de l'EDTA

L'acide éthylènediaminetétraacétique, plus connu sous l'acronyme EDTA, se présente comme une substance solide et cristalline de couleur blanche. Sa structure moléculaire, caractérisée par la présence de multiples groupements carboxyles et amines, lui octroie une fonction d'agent complexant particulièrement efficace. Cette aptitude à lier fortement divers ions métalliques, qu'ils soient chargés positivement deux ou trois fois, résulte en la formation de composés stables et miscibles dans l'eau. De plus, l'EDTA possède un caractère polyacide, dont le comportement en solution aqueuse est directement influencé par l'acidité du milieu.

C'est cette combinaison unique de propriétés chimiques qui explique son usage étendu dans des domaines variés, allant des analyses en laboratoire aux procédés industriels. [30]

2- Mécanisme chimique du blanchiment

Le blanchiment du carbonate de calcium par l'EDTA repose sur un mécanisme de complexation des ions métalliques responsables des colorations. L'EDTA (représenté par Y^{4-} dans sa forme déprotonée), en solution, capte ces ions métalliques (Mn^{+}) tels que le fer ou le manganèse, en formant des complexes solubles selon l'équation :



Cette chélation permet de solubiliser et d'éliminer les impuretés métalliques par lavage, détachant ainsi les taches de la surface du $CaCO_3$ et révélant sa blancheur naturelle sans altérer sa structure chimique intrinsèque. L'efficacité de ce processus dépend de facteurs tels que la nature des contaminants, la concentration et le pH de la solution d'EDTA, ainsi que les conditions de température et de contact. Il est important de noter que l'EDTA ne réagit pas directement avec le $CaCO_3$ dans des conditions typiques de blanchiment. [31,32]

b. Méthodes physiques

Ces méthodes reposent sur des procédés mécaniques ou physiques permettant d'éliminer les impuretés sans modification chimique :

▪ Flottation :

La flottation est une méthode physico-chimique utilisée pour séparer les particules solides ou les impuretés en suspension dans un liquide, par injection d'air ou d'un gaz. Ce

procédé fait remonter les particules à la surface sous forme de mousse, facilitant leur élimination. En blanchiment textile, la flottation peut être utilisée pour éliminer les matières colorantes ou les impuretés avant ou après un traitement chimique, améliorant ainsi la blancheur et la qualité du produit final. [33,34]

▪ **Lavage :**

Le lavage est une étape physique essentielle du blanchiment qui consiste à éliminer les impuretés, les encollages, les résidus de teinture ou d'agents blanchissants par rinçage à l'eau, souvent avec des solutions alcalines ou des tensioactifs. Ce procédé permet de nettoyer les fibres et d'améliorer leur blancheur sans modification chimique directe des chromophores. [35]

▪ **Décantation :**

La décantation est un procédé physique de séparation qui consiste à laisser reposer une suspension pour permettre aux particules solides plus lourdes de se déposer au fond du récipient. Dans le contexte du blanchiment ou du traitement des eaux textiles, la décantation permet de séparer les impuretés solides avant un traitement ultérieur, contribuant à clarifier la pâte ou l'effluent. [36]

▪ **Séparation magnétique :**

Le processus de séparation magnétique repose sur la différence de susceptibilité magnétique entre les différents types de minéraux pour les séparer. Les impuretés colorées du kaolin, telles que le rutile, l'hématite, la magnétite, le mica et la pyrite, sont naturellement magnétiques. La séparation magnétique à haute intensité a connu un succès significatif dans l'enrichissement des minéraux industriels. [33]

II.2.4- Paramètres influençant le procédé de blanchiment

Plusieurs paramètres peuvent influencer l'efficacité du procédé de blanchiment, tant sur le plan cinétique que sur le résultat final, tels que :

a) Nature et concentration des espèces colorantes

Le type et la quantité d'impuretés responsables de la couleur sont des facteurs primordiaux. Différents chromophores peuvent nécessiter des approches de blanchiment distinctes ou des conditions ajustées.

b) Temps de contact

La durée pendant laquelle l'agent de blanchiment est en contact avec le matériau taché influence l'étendue de la réaction et donc le degré de blanchiment obtenu. [37]

c) Température

La température peut affecter la cinétique de la réaction de blanchiment. Généralement, une température plus élevée accélère le processus, mais il faut considérer la stabilité de l'agent blanchissant et le matériau traité. [37]

d) Agitation/Mélange

Un bon mélange assure un contact optimal entre l'agent de blanchiment et la surface à traiter, favorisant le transfert de masse et l'uniformité du blanchiment. [38]

e) pH du milieu

L'acidité ou l'alcalinité de la solution peut influencer l'efficacité et la stabilité de l'agent de blanchiment, ainsi que la surface du matériau à blanchir. [38]

II.1.5- Purification du carbonate de calcium

Le carbonate de calcium (CaCO_3) est un composé largement utilisé dans les industries pharmaceutique, cosmétique et alimentaire, où la pureté et la blancheur sont des critères essentiels. Cependant, le carbonate de calcium naturel peut contenir des impuretés minérales qui altèrent ses propriétés. La purification du carbonate de calcium vise donc à améliorer sa qualité en éliminant ces impuretés, à travers une série d'étapes physiques et chimiques telles que la calcination, l'hydratation et la carbonisation. Ces traitements permettent d'obtenir un produit plus pur, plus blanc et mieux adapté aux exigences industrielles spécifiques. De chaux éteinte (lait de chaux). Cette étape facilite la purification en dissolvant partiellement la matière, permettant une élimination plus efficace des impuretés solubles. [39]

a. Calcination

La calcination constitue la première étape essentielle dans le procédé de purification du carbonate de calcium. Elle consiste à chauffer le carbonate de calcium brut (CaCO_3) à haute température, généralement entre 800 °C et 1000 °C, afin de le décomposer thermiquement. [39] Cette réaction endothermique conduit à la formation de chaux vive (oxyde de calcium, CaO) et à la libération de dioxyde de carbone (CO_2) selon l'équation suivante :

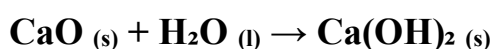


Le but principal de cette étape est de dissocier les impuretés éventuellement présentes dans le carbonate naturel, en éliminant notamment les carbonates associés ou certaines matières organiques volatiles. Le produit obtenu, la chaux vive, est une poudre blanche très réactive qui

servira de base aux étapes suivantes de purification. Cette décomposition est cruciale pour garantir une meilleure qualité du carbonate reformé après les traitements complémentaires.

b. Hydratation (extinction de la chaux)

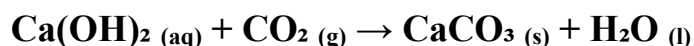
L'hydratation constitue la deuxième étape du procédé de purification. Elle consiste à transformer la chaux vive (CaO) obtenue lors de la calcination en chaux éteinte (hydroxyde de calcium, Ca(OH)₂) par addition d'eau. [39] Cette réaction, fortement exothermique, se déroule selon l'équation suivante :



Le but de cette étape est de rendre la chaux plus stable, moins agressive et plus facile à manipuler. Sous forme de suspension (souvent appelée "lait de chaux"), le Ca(OH)₂ obtenu facilite la séparation des impuretés solubles présentes dans le matériau initial. Ce traitement permet également de mieux contrôler la qualité chimique de la phase suivante, en préparant un support homogène pour la carbonisation qui viendra reformer un carbonate de calcium plus pur.

c. Carbonisation

La carbonisation représente la dernière étape du processus de purification du carbonate de calcium. Elle consiste à faire réagir la chaux éteinte (Ca(OH)₂) avec du dioxyde de carbone (CO₂) pour reformer du carbonate de calcium précipité (CaCO₃), [39] selon la réaction suivante:



Cette réaction, généralement réalisée à température ambiante, permet l'obtention d'un précipité de carbonate de calcium sous forme fine et blanche.

Le but principal est de reconstituer un CaCO₃ plus pur, à la fois sur le plan chimique et visuel, tout en contrôlant la morphologie et la taille des particules. Le suivi du pH durant cette étape est crucial, car il influence directement la qualité du précipité. Une carbonisation bien maîtrisée permet donc d'obtenir un produit final apte à des applications exigeantes telles que les industries pharmaceutiques, cosmétique ou alimentaire.

II.3. Synthèse des travaux réalisés sur le carbonate de calcium

De nombreuses études ont été consacrées à l'amélioration de la pureté et de la blancheur du carbonate de calcium, à travers différentes approches physico-chimiques, telles que :

- ❖ **En 2018**, Belghoul Amira et Bouacha Abir ont étudié la valorisation du carbonate de calcium du gisement de COSIDER. Elles ont utilisé une séparation magnétique pour éliminer les impuretés ferromagnétiques, suivie de traitements chimiques de blanchiment (oxydants, réducteurs, complexants), seuls ou en séquences multistades. Les résultats ont montré que le blanchiment chimique, notamment en combinaison, a permis d'obtenir les meilleurs niveaux de blancheur, supérieurs à 91 %, rendant le produit conforme aux exigences des industries. [40]

- ❖ **En 2022**, Thaibaoui Khalil a utilisé les mêmes approches, en les optimisant davantage :
 - Il a étudié l'effet de l'intensité du champ magnétique sur la séparation des oxydes,
 - Et testé plusieurs séquences de blanchiment multistade (peroxyde, hydrosulfite, EDTA).
 - Ses essais ont abouti à une blancheur allant jusqu'à 92 %, avec des produits répondant aux critères de pureté des industries exigeantes. [41]

- ❖ **En 2024**, une étude menée à l'Université de Blida a porté sur la production de carbonate de calcium pharmaceutique à partir de roches algériennes. À travers des optimisations de calcination et d'hydratation, les auteurs ont amélioré la qualité du produit et réduit plusieurs impuretés (Cl, K, Ce, Sm) selon les analyses DRX et XRF. La formulation d'une suspension anti-reflux a permis d'observer la formation d'un radeau flottant, confirmant la transformation partielle en CaCO_3 actif. Ce travail démontre le potentiel local du CaCO_3 pour un usage pharmaceutique. [42]

CHAPITRE II

CHAPITRE II

MATERIEL ET METHODE

III.1- Introduction

Ce projet a été réalisé dans les laboratoires des espaces STARTUP rattachés à la Faculté de Technologie de l'Université Blida 1.

Dans ce chapitre, nous allons décrire le matériel, les équipements, les matières premières, ainsi que les protocoles expérimentaux utilisés tout au long des différentes étapes du projet.

L'objectif principal de cette étude est triple :

- Améliorer la blancheur du carbonate de calcium,
- Explorer les différents procédés permettant d'éliminer les impuretés toxiques, notamment le fer,
- Et formuler un dentifrice à base de carbonate de calcium précipité.

III.2- La matière première

Le calcaire est une roche sédimentaire constituée principalement de carbonate de calcium (CaCO_3), ce qui en fait une matière première privilégiée pour la production de carbonate de calcium précipité (PCC) destiné aux applications cosmétiques.

III.2.1- Les étapes d'extraction du carbonate de calcium en Algérie

L'extraction du carbonate de calcium en Algérie se déroule en plusieurs étapes :

a) Recherche et découverte des gisements

On commence par chercher les endroits en Algérie où l'on pourrait trouver du carbonate de calcium. Ensuite, on effectue des examens du sol et des analyses pour savoir si la qualité et la quantité de ce qu'on a trouvé sont intéressantes.

b) Extraction du calcaire

Pour aller chercher le carbonate de calcium, la méthode la plus utilisée en Algérie est celle des mines à ciel ouvert. C'est une technique qui convient bien quand le calcaire se trouve près de la surface du sol.



Figure III.1 : Opérations de forage à El Madjen.

c) Réduction de la taille des roches

Une fois le calcaire extrait, les gros morceaux sont transformés en fragments plus petits. Cette étape « de broyage et de concassage » permet de manipuler et d'utiliser plus facilement la matière première.



Figure III.2 : Échantillons extraits après le forage à El Madjen.

Après extraction, le calcaire est soigneusement séché à l'étuve à $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ afin d'éliminer l'humidité résiduelle, puis il est stocké dans des sachets en papier à l'abri de l'air et de la lumière pour préserver ses propriétés.

Dans ce contexte, la poudre de carbonate de calcium ALCAL F15 a été utilisée en raison de sa granulométrie fine, qui la rend particulièrement adaptée aux traitements chimiques ultérieurs. Sa texture homogène et sa finesse en font un matériau optimal pour les étapes de

blanchiment et de purification, visant à améliorer la blancheur, la pureté et la qualité du produit final.

III.3- Procédé de blanchiment du carbonate de calcium

Les appareils et les méthodes utilisés dans cette expérience sont :

III.3.1- Matériel

Les appareils utilisés dans cette expérience sont :

Tableau III.1 : les appareils utilisés pour le procédé de blanchiment de CaCO_3 .

Les appareils	Description
BI-DISTILLATEUR D'EAU INOX AUTOMATIQUE LABTECH – 4 L/H	Est un équipement de laboratoire performant et fiable pour la production d'eau de très haute pureté, indispensable pour les applications nécessitant une absence quasi-totale d'impuretés. Son automatisation et sa construction en inox en font un choix pratique et durable pour de nombreux laboratoires. [43]
Pompe à vide à membrane LABOPORT N 820.3 FT.18	La KNF LABOPORT N 820.3 FT.18 est une pompe à vide à membrane résistante aux produits chimiques et sans huile, idéale pour manipuler des gaz et vapeurs agressifs en laboratoire. Elle assure un fonctionnement fiable, silencieux et sans contamination, avec une bonne tolérance aux condensats. [44]
Étuve universelle U Memmert	Est un appareil de laboratoire polyvalent pour sécher, chauffer et étuver avec précision jusqu'à 300°C. Disponible en plusieurs tailles (32-1060 L) et avec convection naturelle ou forcée, elle offre un contrôle précis de la température via Single ou TwinDISPLAY. Sécurisée et construite en inox. [45]

Les appareils	Description
La balance analytique KERN ABJ-NM	Est un instrument de précision homologué pour le commerce (Classe I), idéal pour les pesées exactes (0,1 mg). Elle se calibre automatiquement, est robuste, et facilite le dosage et la pesée de recettes. Son écran clair et sa sortie de données automatique la rendent conviviale, et elle est adaptée aux laboratoires et industries exigeants.[46]
Agitateur magnétique chauffant basique Type CB162	L'agitateur magnétique chauffant basique Type CB162 mélange et chauffe des liquides simultanément grâce à un aimant rotatif et une plaque chauffante. C'est un outil de laboratoire courant pour diverses applications comme les réactions chimiques et les dissolutions. [47]
Le pH-mètre de paillasse multiparamètres pH-2601	Est un instrument de laboratoire essentiel pour des mesures précises et simultanées du pH et de la température. Il se caractérise par un écran clair, un étalonnage multipoint automatique et une compensation automatique de la température (ATC) pour garantir la fiabilité des résultats. Robuste et polyvalent, il inclut des fonctions de mémorisation des données et souvent une connectivité PC.

III.3.2- Méthodes

Dans ce travail, deux agents chimiques ont été utilisés pour améliorer la blancheur du carbonate de calcium, à savoir :

a) Peroxyde d'hydrogène (H₂O₂)

On commence par mélanger la poudre de carbonate de calcium avec de l'eau, On remue doucement pour que tout soit bien mélangé.

Ensuite, on ajoute le peroxyde d'hydrogène, la concentration se situe entre 3% et 6%. On la verse doucement dans notre mélange de carbonate de calcium et d'eau, on commence par en mettre l'équivalent de 10% à 20% du volume total de notre mélange.

Après, agiter la solution. Une fois le temps de réaction écoulé, séparez la poudre blanche du liquide par filtration. Ensuite, lavez soigneusement cette poudre à plusieurs reprises avec de l'eau distillée pour éliminer toute trace d'eau oxygénée et les impuretés solubles.

Enfin, séchez la poudre blanche à l'étuve. Après séchage complet, retirez la poudre, broyez-la finement, puis conservez-la dans un récipient hermétique pour éviter toute contamination par l'air.



Figure III.3 : Filtration et broyage de la poudre après le traitement chimique.

b) Acide éthylènediaminetétraacétique ($C_{10}H_{16}N_2O_8$)

Nous avons débuté par la préparation d'une suspension de carbonate de calcium, que nous avons agitée afin d'assurer une bonne dispersion du solide dans le liquide. Une fois la suspension devenue homogène, nous avons ajouté progressivement la solution d'EDTA, dont la concentration variait entre 0,05 M et 0,25 M, tout en maintenant une agitation continue. Cette addition lente visait à favoriser une interaction optimale entre l'EDTA et le carbonate de calcium.



Figure III.4 : Schéma illustrant la préparation de la suspension de carbonate de calcium et l'ajout progressif de la solution d'EDTA à différentes concentrations sous agitation continue.

Par la suite, nous avons ajusté le pH de la suspension. Lorsque celui-ci était inférieur à 8, nous avons ajouté, goutte à goutte, une solution diluée de NaOH à 1 M, sous agitation constante, jusqu'à atteindre un pH compris entre 8 et 9.

Après la séparation et le lavage du carbonate de calcium, nous avons placé la poudre obtenue dans une étuve afin de la sécher à une température élevée, dans le but d'éliminer l'humidité résiduelle. Une fois le séchage terminé, nous avons laissé le bécher refroidir à température ambiante. Lorsque la poudre était complètement refroidie, nous l'avons soigneusement broyée afin d'obtenir une texture fine et homogène.

III.3.3- Analyse du carbonate de calcium traités chimiquement

a) Matériel

Les appareils utilisés dans cette expérience sont :

❖ La spectroscopie de fluorescence X « JASCO FP-8x50 »

Les spectrofluoromètres JASCO de la série FP-8000 (incluant des modèles comme les FP-8250, FP-8350, FP-8550 et FP-8650) sont des instruments conçus pour la spectroscopie de fluorescence optique. Ils mesurent la lumière émise (fluorescence) par des molécules après leur excitation par une longueur d'onde spécifique. Réputés pour leur haute sensibilité, leur rapidité d'acquisition spectrale et leur large gamme dynamique, ces appareils permettent d'obtenir des spectres d'excitation, d'émission et des cartes 3D. Ils sont essentiels dans la recherche en biologie, chimie et science des matériaux pour étudier la structure, la concentration et le comportement des substances fluorescentes.

L'analyse par fluorescence X (XRF) est une méthode analytique non-destructive qui détermine la composition élémentaire d'un échantillon. Elle fonctionne en irradiant l'échantillon avec des rayons X primaires, ce qui provoque l'émission de rayons X secondaires (de fluorescence) dont l'énergie est caractéristique de chaque élément présent.

❖ Colorimétrie des échantillons par chromamètre CR-400

Le Konica Minolta CR-400 est un chromamètre portable conçu pour mesurer avec précision la couleur des échantillons solides ou pulvérulents. Il fonctionne selon le système colorimétrique CIE Lab*, qui permet de quantifier la clarté (L^*), ainsi que les nuances vert-rouge (a^*) et bleu-jaune (b^*). L'appareil utilise une source lumineuse au xénon pulsé pour éclairer l'échantillon, et capte la lumière réfléchie afin d'en déduire les coordonnées

colorimétriques. Il dispose d'une ouverture de mesure standard de 8 mm et offre différents modes d'affichage des données, notamment Lab*, LCh et ΔE^* , facilitant la comparaison entre échantillons. Simple d'utilisation, rapide et fiable, le CR-400 est un outil adapté au contrôle qualité et à l'évaluation objective de la blancheur, en particulier dans le cadre de l'étude du carbonate de calcium.

III.4- Le procédé de purification du carbonate de calcium

Les matériaux et la méthode utilisés dans cette expérience sont :

III.4.1- Matériel

Les appareils utilisés dans cette expérience sont :

Tableau III.2 : les appareils utilisés pour le procédé de purification du carbonate de calcium.

Les appareils	Description
Le four a moufle «Nabertherm, more than heat 30-3000°C »	Les fours à moufle Nabertherm sont des appareils de laboratoire robustes et précis, conçus pour chauffer des échantillons à des températures élevées (généralement jusqu'à 1100-1200°C, avec des modèles spécifiques allant au-delà). Ils offrent une isolation thermique efficace, un contrôle de température précis et sont disponibles en plusieurs modèles avec diverses options pour s'adapter à de nombreuses applications de traitement thermique. [48]
Pompe à vide à membrane LABOPORT N 820.3 FT.18	Est une pompe à vide à membrane résistante aux produits chimiques et sans huile, idéale pour manipuler des gaz et vapeurs agressifs en laboratoire. Elle assure un fonctionnement fiable, silencieux et sans contamination, avec une bonne tolérance aux condensats. [44]
Étuve universelle U Memmert	Est un appareil de laboratoire polyvalent pour sécher, chauffer et étuver avec précision jusqu'à 300°C. Disponible en plusieurs tailles (32-1060 L) et avec convection naturelle ou forcée, elle offre un contrôle précis de la température via Single ou TwinDISPLAY. Sécurisée et construite en inox. [45]

Les appareils	Description
La balance analytique KERN ABJ-NM	Est un instrument de précision homologué pour le commerce, idéal pour les pesées exactes (0,1 mg). Elle se calibre automatiquement, est robuste, et facilite le dosage et la pesée de recettes. Son écran clair et sa sortie de données automatique la rendent conviviale, et elle est adaptée aux laboratoires et industries exigeants. [46]
Le pH-mètre de paillasse multiparamètres pH- 2601	Est un instrument de laboratoire essentiel pour des mesures précises et simultanées du pH et de la température. Il se caractérise par un écran clair, un étalonnage multipoint automatique et une compensation automatique de la température (ATC) pour garantir la fiabilité des résultats.
Manomètre	Est un appareil utilisé pour mesurer la pression du gaz (CO₂) injecté dans la solution de chaux éteinte lors du procédé de carbonisation. Il permet de contrôler la pression de façon précise afin d'assurer une réaction optimale et sécurisée. Le manomètre peut être de type à colonne de liquide (tube en U) ou à cadran, et il est relié au système de carbonisation via un tuyau.
Débitmètre « PG 08/2 1/H Luft 15°C 101.325 Kpa »	Est un appareil de mesure permettant de contrôler le débit volumique de gaz, notamment l'air ou le dioxyde de carbone dans un procédé de carbonisation. Il est calibré pour des conditions standards de température (15°C) et de pression (101.325 kPa), garantissant ainsi des mesures précises et reproductibles. Cet appareil est essentiel pour ajuster le débit du gaz injecté dans la solution de chaux éteinte, afin d'assurer un processus de réaction chimique optimal.

III.4.2- Méthodes

Ce procédé repose sur une série d'étapes successives permettant d'éliminer les impuretés minérales et d'améliorer la qualité du carbonate de calcium, à savoir :

a) Calcination

La première étape a été de mesurer la masse de chaque creuset vide. Ensuite, nous avons déposé la matière première de carbonate de calcium d'ALCAL F15 dans l'un des creusets. Pour finir cette étape de préparation, nous avons pesé à nouveau le creuset contenant l'échantillon.

Les poudres ont ensuite été placées dans des creusets en porcelaine, qui ont été introduits dans la chambre de chauffage du four à moufle.



Figure III.5 : Placement des poudres de carbonate de calcium dans des creusets avant le traitement thermique au four à moufle.

Pour la calcination, nous avons programmé une augmentation progressive de la température de 100 °C par minute. Cela signifie qu'il a fallu 10 minutes pour que le four atteigne la température de calcination souhaitée de 1000 °C.

Une fois la calcination terminée, les creusets ont été sortis du four après avoir refroidi naturellement.

b) Hydratation

Pour préparer la chaux éteinte, on commence par peser la quantité désirée de chaux vive.

Ensuite, on calcule la quantité d'eau distillée nécessaire selon le rapport souhaité et on la chauffe.

Puis, on incorpore progressivement la chaux vive à l'eau chaude, tout en mélangeant constamment avec un agitateur magnétique et en mesurant le pH de la suspension à l'aide d'un pH-mètre.



Figure III.6 : Ajout progressif de la chaux vive à l'eau chaude sous agitation et mesure du pH.

L'étape suivante consiste à filtrer la suspension à l'aide d'un entonnoir Büchner, d'un papier filtre et d'une pompe à vide à membrane. Ceci permet de séparer l'hydroxyde de calcium hydraté (chaux éteinte) de l'excès d'eau.

Ensuite, on sèche l'hydroxyde de calcium filtré dans une étuve à 105°C jusqu'à ce qu'il atteigne un poids constant (environ 24 heures).

Enfin, on broie l'hydroxyde de calcium séché pour obtenir une poudre fine.

c) Carbonisation

Pour fabriquer du carbonate de calcium précipité (PCC), on commence par peser soigneusement la quantité de chaux éteinte nécessaire. Ensuite, on calcule le volume d'eau distillée requis en fonction du rapport souhaité, puis on la chauffe. Une fois l'eau chaude prête, on ajoute lentement la chaux éteinte tout en maintenant l'agitation à l'aide d'un agitateur magnétique, afin d'obtenir un mélange homogène.

On introduit ensuite du dioxyde de carbone (CO_2) dans la suspension, en surveillant attentivement le pH à l'aide d'un pH-mètre. Il est important de maintenir le pH autour de 9, car c'est la condition idéale pour une précipitation optimale du carbonate de calcium. La quantité de CO_2 injectée peut être contrôlée grâce à un manomètre et un débitmètre.



Figure III.7 : Injection contrôlée de CO_2 dans la suspension et suivi du pH pour optimiser la précipitation du carbonate de calcium.

Lorsque la réaction est terminée, on filtre la suspension à l'aide d'un entonnoir Büchner et d'un papier filtre, ce qui permet de séparer le solide (le PCC) du liquide. Le PCC est ensuite placé dans une étuve chauffée à 105°C , jusqu'à ce qu'il soit parfaitement sec et que son poids soit stable.



Figure III.8 : Poudre de carbonate de calcium (PCC) obtenue après séchage à 105°C .

Enfin, le produit sec est broyé afin d'obtenir une poudre fine, prête à être utilisée dans diverses applications, notamment en cosmétique.

III.5- Formulation de dentifrice

Les appareils et la méthode utilisés dans cette étude sont :

III.5.1- Matériels

Les appareils de cette expérience sont :

- Balance analytique KERN ABJ-NM. [40]
- pH-mètre de paillasse multiparamètres pH-2601
- Agitateur magnétique chauffant basique Type CB162. [41]

III.5.2- Méthode

Pour préparer la pâte dentifrice, on commence par peser avec précision 30 g d'eau déminéralisée dans un bécher, puis on y ajoute 25 g de glycérine. On mélange doucement avec un agitateur magnétique jusqu'à ce que la glycérine soit complètement dissoute. On incorpore ensuite 0,3 g de benzoate de sodium, en mélangeant jusqu'à dissolution complète, suivi de 0,08 g de saccharine de sodium, également dissoute dans la solution.

Ensuite, on pèse 0,22 g de fluorure de sodium qu'on ajoute et dissout dans le liquide. Une fois ces étapes terminées, on disperse petit à petit 1 g de carboxyméthylcellulose (CMC) dans le mélange liquide, tout en maintenant une agitation modérée afin d'éviter les grumeaux. On continue à mélanger pendant environ 20 à 30 minutes, le temps que la CMC soit bien hydratée et que le mélange forme un gel homogène et visqueux.

On ajoute ensuite, lentement et par petites portions, 40 g de carbonate de calcium sous agitation magnétique continue, en augmentant légèrement la vitesse pour bien le disperser. On mélange ainsi pendant 30 minutes afin d'obtenir une suspension uniforme. Vient ensuite l'ajout de 1,5 g de SLS, puis 1 g d'arôme de menthe poivrée, mélangé délicatement pour garantir une distribution homogène. On vérifie ensuite le pH de la pâte : il doit idéalement se situer entre 6 et 8.

Enfin, on agite encore le mélange final pendant 10 à 15 minutes pour obtenir une pâte homogène, sans grumeaux ni séparation, et on mesure une dernière fois le pH pour s'assurer qu'il est bien dans la plage souhaitée. [49]

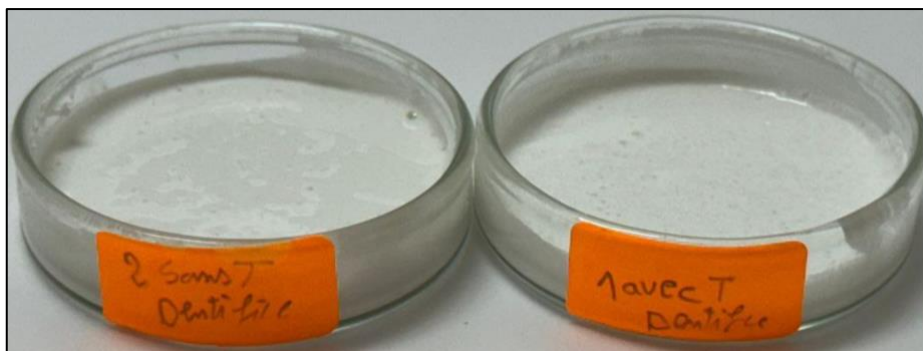


Figure III.9 : Échantillons de dentifrice : formulation sans traitement chimique et formulation avec traitement chimique.

III.5.3- Analyse rhéologique du dentifrice

Les matériaux et utilisés dans cette expérience sont :

a) Matériel

L'appareil utilisé dans cette expérience sont :

- **Rhéomètre « ANTON PAAR modular compact rhéomètre MCR 302 »**

Est un instrument de laboratoire très précis et polyvalent. Il permet d'étudier les propriétés rhéologiques des matériaux en modes rotationnel (viscosité) et oscillatoire (viscoélasticité). Grâce à un moteur EC et un palier à air de haute précision, il garantit des mesures fiables, même à de très faibles couples. Ses fonctions intelligentes comme **Toolmaster™** et **TruGap™** simplifient l'utilisation, tandis que son contrôle de température adaptable le rend idéal pour des applications variées dans les secteurs de l'agroalimentaire, des cosmétiques, des polymères, etc. C'est un outil essentiel pour la recherche, le développement et le contrôle qualité.

CHAPITRE III

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1. Caractérisation de l'échantillon ALCAL F15



Figure IV.1 : Représente le carbonate de calcium « ALCAL F15 ».

La caractérisation du carbonate de calcium ALCAL F15 a été réalisée sur la base de la fiche technique fournie par l'entreprise ENG :

Caractéristiques chimiques		Caractéristiques physiques	
CaCO ₃	98%	Dureté (MOHS) :	3
CaO	55,13%	Poids spécifique :	2,7
SiO ₂	0,06%	Densité apparente non tassée :	0,97g / cm ³
Na ₂ O	0,07%	Blancheur (CR310 MINOLTA) :	L : 93,43 a+0,35 b+2,96
MgO	0,59%	Prise d'huile (NF.T 30.022) :	23g/100g de poudre
Al ₂ O ₃	0,09%	Prise D O P (NF.T 30.022) :	32g/100g de poudre
Fe ₂ O ₃	0,03%	Humidité à l'ensachage :	0,01%
Perte au feu	43%	Indice de réfraction :	1,71
Ph	9		
Cyanure	0,045 µg / gr		
Mercuré	0,35 µg / gr		
Arsenic	0,08 µg / gr		
Fluor	0,02mg / gr		
Chlorure	0,001mg / gr		

Figure IV.2 : Les caractérisations chimiques et physiques de la poudre ALCAL F15 sont présentées ci-dessus.

L'analyse granulométrique de l'échantillon est présentée dans la figure IV.3 suivante :

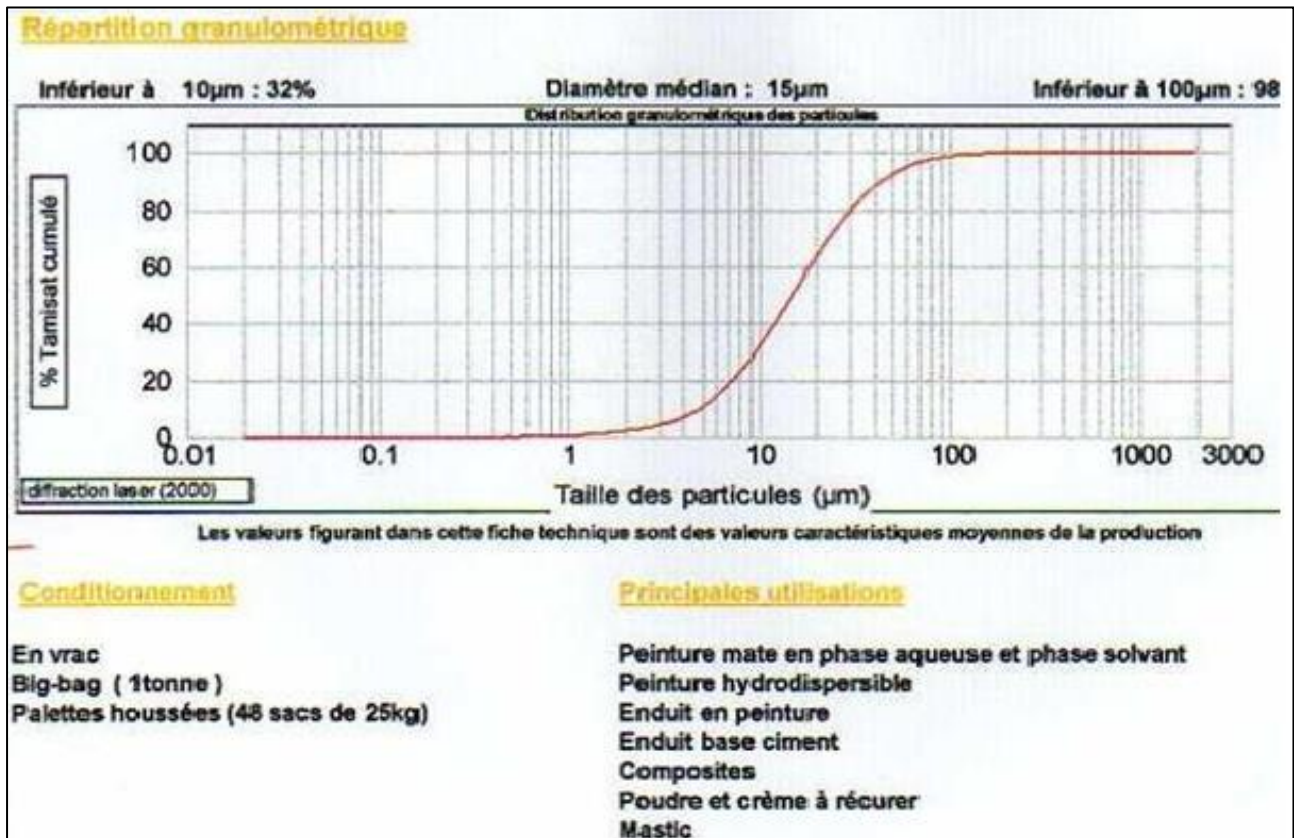


Figure IV.3 : Caractérisation granulométrique de l'échantillon ALCAL F15.

b) La spectroscopie de fluorescence X

L'analyse par fluorescence des rayons X (XRF) est une technique physico-chimique utilisée pour identifier et quantifier les éléments présents dans un matériau. Elle repose sur l'émission de rayonnements caractéristiques par les atomes d'un échantillon lorsqu'ils sont exposés à des rayons X. Cette méthode, à la fois rapide, précise et non destructive, est largement utilisée dans les domaines de la chimie, des matériaux et de l'environnement.

Dans le cas du carbonate de calcium (CaCO_3), l'analyse XRF permet de déterminer principalement la teneur en calcium, tout en mettant en évidence d'éventuelles impuretés telles que le fer, le silicium, ou encore le magnésium. Elle est donc essentielle pour évaluer la pureté de ce composé.

Tableau IV.1 : Concentrations élémentaires (en ppm ou %) des métaux légers présents dans l'échantillon de CaCO_3 .

Elément	Na	Mg	Al	Si	P	S	Sr	Sm	Ca (%)
Résultats - unité (ppm)	0,0	0,0	306,4	410,9	999,7	0,0	282,5	0,0	53,571

Elément	Cl	K	Ti	Mn	Fe	Cu	Zr	Ta
Résultats - unité (ppm)	143,9	37,9	80,7	13,5	102,7	23,1	5,2	18,3

Le tableau suivant présente la composition de l'échantillon sous forme d'oxydes, complémentaire aux éléments déjà identifiés :

Tableau IV.2 : Teneurs en éléments chimiques (sous forme d'oxydes) dans l'échantillon de CaCO_3 analysé par XRF.

Elément	CaO	SiO ₂	SO ₃
Résultats _ unité (%)	75,0	0,0	0,0502

À partir de ces résultats, on observe que le calcium (Ca) constitue l'élément principal, comme prévu dans la composition du carbonate de calcium. La présence des autres éléments révèle toutefois certaines impuretés, notamment :

- Le sodium (Na), qui pourrait être le signe de contaminations salines ou de minéraux issus de processus d'évaporation.
- Le magnésium (Mg), qui peut résulter de la substitution du calcium, un phénomène souvent associé à la formation de dolomie.
- L'aluminium (Al), qui indique généralement des impuretés argileuses ou la présence de feldspaths.
- Le silicium (Si), qui pourrait provenir de silicates ou de grains de sable présents dans l'échantillon.

- Le phosphore (P), souvent lié à des contaminations biologiques ou à des minéraux phosphatés comme l'apatite.
- Le soufre (S), qui pourrait être issu de sulfates ou de résidus organiques.
- Le strontium (Sr), qui pourrait être le résultat d'une substitution isomorphique du calcium dans la structure cristalline du carbonate.
- Le samarium (Sm), qui, en tant qu'élément des terres rares, apparaît généralement sous forme de traces spécifiques dans certaines formations minérales.
- Le chlore (Cl), indiquant une possible contamination par des sels ou des environnements salins.
- Le potassium (K), qui pourrait venir de silicates ou de minéraux argileux.
- Le titane (Ti), le manganèse (Mn), le fer (Fe), le cuivre (Cu), le zirconium (Zr) et le tantale (Ta), qui sont souvent associés à des inclusions minérales ou à des oxydes métalliques provenant de processus géochimiques particuliers.

IV.2- Procédé de blanchiment de carbonate de calcium

Les procédés de blanchiment traités dans ce projet sont :

IV.2.1- Peroxyde d'hydrogène

Le peroxyde d'hydrogène rend le carbonate de calcium plus blanc en enlevant les impuretés colorées. Il les détruit sans changer le carbonate lui-même, ce qui donne un produit plus propre et de meilleure qualité.

Le but de cette étude est de trouver la meilleure combinaison entre la quantité et la concentration de peroxyde d'hydrogène pour rendre le carbonate de calcium le plus blanc possible, dans le cas de cet échantillon.

a) Observation visuelle

Le tableau IV.3 présente les résultats du blanchiment du carbonate de calcium à l'aide du peroxyde d'hydrogène, appliqué à l'échantillon ALCAL F15. Les tests ont été réalisés en variant simultanément la concentration et le volume de la solution de peroxyde d'hydrogène. Les différentes concentrations testées sont 3 %, 4 %, 5 % et 6 %, tandis que les volumes varient entre 10 %, 20 %, 30 %, 40 %, 50 % et 60 %.

Le peroxyde d'hydrogène est généralement plus efficace lorsqu'il est utilisé dans des conditions légèrement alcalines. Ainsi, lorsque cela était nécessaire, le pH de la suspension a été ajusté entre 7 et 8 à l'aide d'une petite quantité d'une solution alcaline douce. Par ailleurs, pour corriger le pH lorsque celui-ci dépassait la valeur souhaitée, on a utilisé une solution d'acide chlorhydrique (HCl) à 0.1 M.

Tableau IV.3 : Résultats du Blanchiment de 10 gCarbonate de Calcium (ALCAL F15) avec un rapport (CaCO₃/Eau) de 1 :5 par Peroxyde d'Hydrogène.

Concentration H₂O₂ (%)	Volume de la solution de H₂O₂(%)	pH Avant	pH Après	Observation	Evaluation de la blancheur
3	10	9,47	8,07	Légère mousse blanche pendant le chauffage, séparation en haut (mousse blanche) et en bas (carbonate), amélioration visible après séchage.	Bonne blancheur, amélioration notable.
	20	9,37	8,07	Poudre gris clair, texture légèrement améliorée.	Blancheur modérée.
	30	9,50	7,90	Poudre plus claire, texture homogène.	Bonne blancheur.
	40	9,30	8,04	Poudre blanche, texture fine.	Très bonne blancheur
	50	9,40	8,00	Poudre blanche uniforme, texture douce.	Excellente blancheur.
	60	9,38	8,04	Forte mousse blanche en surface, poudre blanche éclatante après séchage.	Blancheur optimale, homogénéité parfaite.
4	10	8,68	8,00	Légère mousse blanche pendant le chauffage, amélioration notable après séchage.	Bonne blancheur, poudre plus claire.
	20	8,80	8,02	Poudre gris clair, texture légèrement améliorée.	Blancheur correcte.
	30	9,30	8,09	Poudre plus claire, texture homogène.	Bonne blancheur.
	40	9,36	8,01	Poudre blanche, texture fine.	Très bonne blancheur
	50	9,33	8,02	Poudre blanche uniforme, texture douce.	Excellente blancheur
	60	8,29	8,02	Forte mousse blanche observée, poudre finale très blanche et fine.	Blancheur optimale.

Concentration H ₂ O ₂ (%)	Volume de la solution de H ₂ O ₂ (%)	pH Avant	pH Après	Observation	Evaluation de la blancheur
5	10	9	7,99	Légère mousse blanche observée pendant le chauffage.	Bonne blancheur atteinte.
	20	8,62	8,05	Poudre blanche avec une texture très fine et homogène, signe d'une purification optimale.	Blancheur maximale, confirmant l'efficacité supérieure du traitement.
	30	8,86	8,05	Poudre plus claire, texture homogène.	Bonne blancheur.
	40	8,69	7,90	Poudre blanche, texture fine.	Très bonne blancheur.
	50	8,65	8,05	Poudre blanche uniforme, texture douce.	Excellente blancheur.
	60	8,78	8,14	Forte mousse blanche observée pendant le chauffage, poudre finale très blanche et fine.	Blancheur optimale
6	10	9	7,99	Légère mousse blanche pendant le chauffage, séparation visible, poudre finale plus blanche.	Bonne blancheur, amélioration nette.
	20	9,02	8,05	Poudre gris clair, texture légèrement améliorée.	Blancheur correcte.
	30	9,04	7,97	Poudre plus claire, texture homogène.	Bonne blancheur.
	40	9,02	8,01	Poudre blanche, texture fine.	Très bonne blancheur.
	50	9,02	7,86	Poudre blanche uniforme, texture douce.	Excellente blancheur.
	60	9,12	8,02	Forte mousse blanche observée, poudre fine.	Blancheur optimale.

Les résultats obtenus à partir des différentes expériences de blanchiment du carbonate de calcium (CaCO_3) à l'aide du peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) montrent des différences claires selon la concentration utilisée et le volume appliqué. L'objectif était de comparer l'effet de ces paramètres sur la blancheur finale de la poudre, à partir d'observations visuelles.

Pour une concentration de 5 % en H_2O_2 , on observe une nette amélioration de la blancheur dès les premiers volumes testés. À 20 %, le résultat est particulièrement impressionnant : la poudre apparaît d'une blancheur maximale, ce qui laisse penser que ce dosage offre un excellent équilibre entre efficacité et quantité de produit utilisé. Les volumes plus élevés (40 %, 50 %, 60 %) donnent eux aussi de très bons résultats, allant jusqu'à une blancheur homogène et optimale à 60 %, mais sans pour autant surpasser clairement ce qui a été obtenu à 20 %.

À la lumière de ces observations, on comprend pourquoi la condition 5 % - 20 % a été retenue comme la plus efficace. Elle permet d'obtenir une blancheur maximale sans devoir augmenter exagérément la quantité de solution utilisée. Même si d'autres combinaisons donnent de bons résultats, celle-ci se démarque par son efficacité à un dosage modéré.

Même sans données chiffrées, comme un indice exact de blancheur, la conclusion s'appuie sur des observations visuelles claires et reste tout à fait logique et pertinente.

b) La spectroscopie de fluorescence X

L'analyse des résultats XRF a permis d'évaluer l'impact du peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) sur la composition du carbonate de calcium (CaCO_3) après traitement. Les principaux éléments analysés, à savoir le CaO , SiO_2 , P_2O_5 et K_2O , révèlent des tendances intéressantes concernant l'efficacité du processus de transformation et d'élimination des impuretés.

Tableau IV.4 : Résultats du traitement chimique de 10 g carbonate de calcium par le peroxyde d'hydrogène.

Rapport (CaCO ₃ /Eau)	Concentration H ₂ O ₂ (%)	Volume de la solution de H ₂ O ₂ (%)	Résultats unité (%)			
			CaO	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O
1 :5	3	10	100,0	0,0	0,0	0,0440
		20	76,71	0,0	0,123	0,0268
		30	76,11	0,0	0,0134	0,0549
		40	77,80	0,0	0,106	0,125
		50	100,0	0,0	0,0258	0,079
		60	79,25	0,0	0,112	0,0369
1 :5	4	10	100,0	0,0	0,0961	0,0128
		20	78,69	0,0	0,0823	0,0347
		30	79,56	0,0	0,0185	0,0524
		40	100,0	0,0	0,0428	0,0352
		50	100,0	0,0	0,0296	0,0697
		60	76,18	0,0	0,0248	0,0458

Rapport (CaCO ₃ /Eau)	Concentration H ₂ O ₂ (%)	Volume de la solution de H ₂ O ₂ (%)	Résultats unité (%)			
			CaO	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O
1 :5	5	10	75,22	0,0	0,1307	0,0318
		20	80,01	0,0	0,1070	0,0363
		30	100,0	0,0	0,0471	0,0622
		40	100,0	0,0	0,0574	0,274
		50	78,59	0,0	0,0978	0,270
		60	76,85	0,0	0,140	0,220
1 :5	6	10	75,99	0,0	0,0860	0,259
		20	100,0	0,0	0,2238	0,228
		30	78,24	0,0	0,0910	0,158
		40	79,83	0,0	0,1601	0,160
		50	100,0	0,0	0,232	0,0968
		60	100,0	0,0	0,0728	0,140

Un des résultats obtenus montre une teneur en CaO de 100 %, ce qui pourrait être perçu comme anormal ou illogique dans le cadre d'un traitement chimique. Toutefois, plusieurs explications justifient ce taux élevé :

a) Conversion complète du CaCO_3 :

Dans des conditions idéales, le traitement thermique ou chimique pourrait conduire à une décomposition quasi totale du carbonate de calcium en oxyde de calcium (CaO), avec une élimination presque totale du dioxyde de carbone (CO_2) et des autres impuretés. Un tel résultat indiquerait que l'efficacité du processus de transformation a été optimale.

b) Limites de l'analyse XRF :

L'analyse par fluorescence X mesure les éléments présents dans l'échantillon. Si l'échantillon ne contient presque que du calcium et de l'oxygène, le système d'analyse pourrait interpréter cela comme du CaO pur. Cependant, la XRF peut ne pas détecter certains éléments légers résiduels.

c) Erreurs techniques :

Bien que cette hypothèse soit moins probable, des erreurs dans la préparation de l'échantillon, comme une contamination ou une mauvaise homogénéisation, pourraient aussi expliquer un tel résultat.

❖ Analyse des résultats correspondant à la condition expérimentale : 5 % de concentration en H_2O_2 et 20 % de volume de solution :

Impact de la concentration en H_2O_2 apparaît que la concentration en peroxyde d'hydrogène influence significativement la pureté du CaO. À une concentration de 5 % de H_2O_2 , la teneur en CaO atteint 80.01 %, ce qui suggère que cette concentration est optimale pour favoriser la conversion du CaCO_3 en CaO tout en minimisant les impuretés. Ce résultat indique que le peroxyde d'hydrogène joue un rôle majeur dans la décomposition du carbonate de calcium et l'élimination des éléments indésirables.

Le volume de la solution de peroxyde d'hydrogène semble également affecter la composition du produit final. Le volume de 20 % a donné les meilleurs résultats en termes de la pureté du CaO, suggérant qu'un dosage précis du réactif est essentiel pour éviter la dilution excessive et garantir une réaction chimique complète.

L'analyse des impuretés montre que ces oxydes sont réduits à mesure que la concentration et le volume du H_2O_2 augmentent. Cette observation est conforme à l'objectif du traitement, qui consiste à obtenir une chaux vive (CaO) de qualité élevée en éliminant les impuretés.

Conclusion

Les résultats obtenus dans cette étude mettent en évidence l'importance de contrôler précisément les paramètres de traitement, notamment la concentration et le volume de peroxyde d'hydrogène, pour optimiser la production de CaO de haute pureté. Le résultat, avec 80.01 % de CaO , est considéré comme résultats optimal obtenu avec une concentration de 5 % de H_2O_2 et un volume de solution de 20 %. Cela indique un équilibre optimal entre l'efficacité de la réaction chimique et la quantité de réactif utilisée.

IV.2.2- Acide éthylènediaminetétraacétique ($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$)

L'EDTA aide à rendre le carbonate de calcium plus blanc en enlevant les impuretés de métaux. Il s'attache à ces métaux pour les faire disparaître plus facilement, ce qui améliore la qualité du produit.

L'objectif principal de cette étude est d'identifier la combinaison optimale entre la concentration et le volume d'EDTA permettant d'obtenir la meilleure efficacité de blanchiment pour le carbonate de calcium, spécifiquement dans le cas de cet échantillon.

a) Observation visuelle

Le tableau IV.5 regroupe l'ensemble des résultats obtenus lors des essais de blanchiment du carbonate de calcium par l'EDTA, appliqués sur l'échantillon ALCAL F15. Ces expérimentations ont été menées en faisant varier deux paramètres clés : la concentration de la solution d'EDTA ainsi que le volume appliqué sur l'échantillon. Les concentrations sélectionnées pour cette étude sont les suivantes : 0,05 M ; 0,10 M ; 0,15 M ; 0,20 M et 0,25 M. Parallèlement, les volumes testés ont été fixés à 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL et 50 mL de la masse de l'échantillon.

Par ailleurs, si le pH de la solution est inférieur à 8, il est nécessaire d'ajuster ce paramètre afin de favoriser l'efficacité du blanchiment.

Tableau IV.5 : Résultats du Blanchiment de 10 g Carbonate de Calcium (ALCAL F15) avec un rapport (CaCO₃/Eau) de 1 :5 par Acide éthylènediaminetétraacétique.

Concentration EDTA (M)	Volume de la solution de EDTA (mL)	pH avant	pH après	Observation	Evaluation de la blancheur
0.05	10	6,96	8,78	Léger éclaircissement, poudre homogène après séchage.	Blancheur moyenne.
	20	6,86	8,87	Légère amélioration de l'éclat, poudre légèrement plus claire.	Blancheur satisfaisante.
	30	6,75	8,40	Bonne dispersion, blancheur plus homogène.	Bonne blancheur.
	40	6,77	8,43	Aspect visuel plus uniforme, teinte légèrement plus claire.	Bonne blancheur.
	50	6,75	8,21	Amélioration visible de l'éclat général.	Blancheur satisfaisante.
0.1	10	6,69	8,06	Poudre plus lisse, légère amélioration de la blancheur.	Blancheur moyenne.
	20	6,48	8,28	Poudre légèrement plus fine, meilleure homogénéité.	Blancheur correcte.
	30	6,60	8,00	Aspect homogène, légère amélioration.	Blancheur moyenne.

Concentration EDTA (M)	Volume de la solution de EDTA (mL)	pH avant	pH après	Observation	Evaluation de la blancheur
0.1	40	6,54	8,12	Poudre claire et régulière.	Bonne blancheur.
	50	6,39	8,80	Amélioration notable, poudre d'apparence plus blanche.	Bonne blancheur.
0.15	10	6,58	8,26	Léger éclaircissement, homogène.	Blancheur correcte.
	20	6,27	8,15	Poudre plus lisse, légère amélioration.	Blancheur correcte.
	30	6,50	8,10	Amélioration faible, homogénéité satisfaisante.	Blancheur moyenne.
	40	6,50	8,02	Poudre plus uniforme, blancheur moyenne.	Blancheur correcte.
	50	6,40	8,02	Aspect plus homogène, pas de changement majeur.	Blancheur correcte.
0.2	10	6,49	8,18	Aspect légèrement plus clair, poudre homogène.	Blancheur correcte.
	20	6,45	8,14	Aspect uniforme, blancheur moyenne.	Blancheur moyenne.
	30	6,43	8,06	Aspect homogène, amélioration faible.	Blancheur moyenne.
	40	6,34	8,16	Aspect clair, homogène.	Blancheur correcte.

Concentration EDTA (M)	Volume de la solution de EDTA (mL)	pH avant	pH après	Observation	Evaluation de la blancheur
0.2	50	6,50	8,66	Bonne blancheur, homogénéité satisfaisante.	Bonne blancheur.
0.25	10	6,48	8,03	Léger éclaircissement, homogène	Blancheur correcte.
	20	6,48	8,05	Aspect uniforme, poudre plus claire.	Bonne blancheur.
	30	6,55	8,15	Bonne homogénéité, teinte légèrement améliorée.	Bonne blancheur.
	40	6,24	8,1	Blancheur moyenne, poudre fine et homogène.	Bonne blancheur.
	50	6,59	8,12	Bonne blancheur finale, aspect homogène.	Bonne blancheur.

L'objectif de cette étude est d'optimiser l'efficacité du traitement, l'analyse comparative des résultats permet de déterminer les conditions les plus favorables à une blancheur maximale et à un aspect homogène du produit final.

À 0,05 M, les faibles volumes d'EDTA (10–20 mL) ne permettent qu'un éclaircissement limité, avec une blancheur jugée "moyenne" ou "satisfaisante". Des volumes plus élevés (30–40 mL) améliorent visiblement la blancheur, sans pour autant atteindre un niveau optimal.

À 0,1 M, une nette amélioration est observée à partir de 40 mL, avec une bonne blancheur, à 50 mL indiquant une "amélioration notable" de l'apparence du CaCO_3 .

En revanche, à 0,15 M, l'ensemble des résultats reste relativement modeste, avec une blancheur qualifiée de "moyenne" à "correcte", suggérant une efficacité moindre à cette concentration.

C'est à 0,2 M que les résultats les plus convaincants sont enregistrés, notamment pour un volume de 50 mL. Cette condition est la seule à combiner une "bonne blancheur" avec une homogénéité satisfaisante, ce qui constitue un critère qualitatif important pour la valorisation du produit final.

Enfin, à 0,25 M, bien que la blancheur soit également jugée bonne à partir de 20 mL, cette concentration plus élevée n'apporte pas d'avantage décisif supplémentaire, tout en représentant une consommation plus importante d'EDTA.

L'ensemble des données suggère que la concentration de 0,2 M associée à un volume de 50 mL constitue le meilleur compromis entre efficacité du blanchiment et qualité du produit obtenu. Cette condition permet d'atteindre non seulement une blancheur visuellement marquée, mais aussi une bonne homogénéité de la poudre, ce qui en fait une formulation optimale dans le cadre de ce protocole expérimental.

b) La spectroscopie de fluorescence X

L'objectif principal de cette expérience est de purifier le carbonate de calcium (CaCO_3) par traitement chimique à l'aide de différentes concentrations et volumes d'EDTA, en évaluant l'efficacité du procédé via une analyse par fluorescence X (XRF). L'accent a été mis sur l'amélioration de la pureté du produit final, en particulier l'augmentation de la teneur en CaO, composant principal, tout en réduisant au maximum la présence d'impuretés telles que la silice (SiO_2), le phosphate (P_2O_5) et le potassium (K_2O).

Tableau IV.6 : Résultats du traitement chimique de 10 g carbonate de calcium par Acide éthylènediaminetétraacétique.

Rapport (CaCO ₃ /Eau)	Concentration EDTA (M)	Volume de la solution EDTA (mL)	Résultats unité (%)			
			CaO	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O
1 :5	0,05	10	78,368	0,0	0,0750	0,0444
1 :5	0,1	20	76,985	0,477	0,0746	0,0215
		50	100,0	0,0	0,0942	0,0548
1 :5	0,15	30	100,0	0,0	0,0029	0,0307
		40	75,534	0,0	0,0278	0,0526
1 :5	0,2	20	75,324	0,0	0,138	0,0468
		50	79,896	0,0	0,110	0,0264
1 :5	0,25	30	78,589	0,382	0,0538	0,0116
		50	77,348	0,440	0,178	0,0428

Parmi toutes les conditions expérimentales, la combinaison de 0,2 M d'EDTA avec un volume de 50 mL s'est révélée être la plus équilibrée. Elle a permis d'obtenir une teneur en CaO de 79,896 %, avec aucune trace détectable de silice et des teneurs modérées en phosphate et potassium. Ce résultat reflète une purification satisfaisante, obtenue dans des conditions stables et reproductibles.

Il est vrai que certaines conditions ont montré une teneur en CaO atteignant 100 %, comme c'est le cas pour 0,1 M / 50 mL et 0,15 M / 30 mL. Cependant, un taux de 100 % ne signifie pas nécessairement que le matériau est totalement pur. Ce chiffre peut être lié à des limites instrumentales propres à la méthode XRF : lorsque les impuretés présentes sont inférieures au seuil de détection de l'appareil, celui-ci peut interpréter l'échantillon comme étant composé exclusivement de CaO. Ce phénomène est appelé effet de saturation, et il peut masquer la présence de traces d'impuretés non détectées. De plus, ces résultats très élevés peuvent également résulter d'une hétérogénéité de l'échantillon analysé ou d'une mauvaise répartition des éléments en surface, faussant la mesure.

C'est pourquoi, malgré une teneur en CaO inférieure à 100 %, la condition 0,2 M / 50 mL a été retenue comme le meilleur compromis entre purification efficace, cohérence des résultats, et fiabilité analytique. Elle représente une condition optimale, alliant élimination des impuretés et stabilité expérimentale, ce qui la rend plus pertinente dans une optique d'application pratique.

Conclusion

Le blanchiment du carbonate de calcium a été réalisé à l'aide de deux agents : le peroxyde d'hydrogène et l'EDTA. Les deux traitements ont permis une amélioration visible de la blancheur. Le meilleur résultat a été obtenu avec le peroxyde d'hydrogène, donnant une poudre plus blanche et une teneur en CaO légèrement supérieure (80,01 %), ce qui justifie son choix pour la suite du travail.

IV.2.3- Analyse colorimétrique des échantillons par chromamètre CR-400

L'analyse colorimétrique a été réalisée à l'aide du chromamètre Konica Minolta CR-400 afin d'évaluer la blancheur des échantillons de carbonate de calcium. Cette méthode repose sur la mesure des coordonnées colorimétriques $L^*a^*b^*$, permettant une appréciation objective des variations de couleur suite aux différents traitements appliqués. Les résultats obtenus ont permis de comparer efficacement les échantillons et de sélectionner les conditions expérimentales les plus favorables à l'amélioration de la blancheur.

1.Calculs et interprétation des résultats de blancheur

$$L^* = 0.4415Y + 56,308$$

En utilisant la formule $Y = \frac{L-56,308}{0,4415}$

Avant traitement : $Y = \frac{94,08-56,308}{0,4415} = 85,55\%$

Après traitement : $Y = \frac{96,56-56,308}{0,4415} = 91,17\%$

2.Comparaison des paramètres

Tableau IV.7 : Analyse colorimétrique des échantillons par chromamètre CR-400.

Paramètre	Avant traitement	Après traitement	Amélioration
L* (clarté)	94,08	96 ,56	+2.48 (+2,6%)
Y(éclat)	85,55%	91,17%	+5.62 (+6.6%)
a* (rouge-vert)	0.71	0.69	-0.02
b*(jaune-bleu)	4.33	4.29	-0.04

Calcul de l'amélioration :

$$L = L_{\text{Avant}} - L_{\text{après}} = 96.56 - 94.08 = +2.48$$

$$Y = Y_{\text{Avant}} - Y_{\text{après}} = 91.17 - 85.55 = 5.62$$

$$a^* = a_{\text{Avant}} - a_{\text{après}} = 0.69 - 0.71 = -0.02$$

$$b^* = b_{\text{Avant}} - b_{\text{après}} = 4.33 - 4.29 = -0.04$$

On a pris la différence absolue puis on l'a divisée par la valeur initiale et multipliée par 100

$$L \times 100 = 2.48/94.08 * 100 = 2.6$$

$$Y \times 100 = 5.62/85.55 * 100 = 6.69$$

Pour a^* et b^* les variations sont très faibles donc l'amélioration en % n'est pas calculée.

3. Interprétation

- **Amélioration de la blancheur**

L'augmentation de L (+2,6%) et Y (+6,6%) montre que le traitement au peroxyde a significativement amélioré la réflectance lumineuse et une réduction des impuretés colorantes (oxyde métalliques).

- **Stabilité chromatique (a et b)****

La légère diminution de a^* (-2,8%) et b^* (-0,9%) indique que les valeurs restent proches de zéro, confirmant la neutralité chromatique du blanc.

- **Effet du traitement au peroxyde**

Le peroxyde agit comme agent blanchissant en oxydant les impuretés colorées.

- **Conclusion**

Le traitement au peroxyde a démontré son efficacité pour améliorer la blancheur du carbonate de calcium, en augmentant significativement la clarté et l'éclat de la poudre tout en maintenant une teinte neutre.

Ces résultats confirment que ce procédé est adapté pour optimiser les propriétés optiques du matériau, ce qui est essentiel.

IV.3- Le procédé de purification du carbonate de calcium

La purification du carbonate de calcium se fait en plusieurs étapes : calcination, hydratation et carbonisation. Ces étapes transforment le produit et enlèvent les impuretés, ce qui permet d'obtenir un carbonate plus blanc et plus pur, adapté à des usages de qualité supérieure.

L'objectif principal de cette étude est de produire un carbonate de calcium précipité de haute pureté en appliquant les trois étapes du procédé « calcination, hydratation et carbonisation » et d'évaluer l'efficacité globale de cette méthode dans l'élimination des impuretés du carbonate de calcium brut.

IV.3.1- Calcination

La calcination consiste à chauffer le carbonate de calcium à haute température. Cela le transforme en oxyde de calcium et libère du gaz, tout en aidant à enlever certaines impuretés.

L'objectif de cette étape est d'éliminer les impuretés oxydées présentes dans deux échantillons : le carbonate de calcium brut « échantillon 1 » et le carbonate de calcium ayant subi un traitement chimique « échantillon 2 », afin d'évaluer l'efficacité de ce traitement lors de la calcination.

Le tableau IV.8 présente les résultats obtenus lors de la calcination du carbonate de calcium, appliquée sur l'échantillon ALCAL F15. Deux essais ont été réalisés : l'un sur le carbonate de calcium brut « échantillon 1 », et l'autre sur le carbonate ayant subi un traitement chimique « échantillon 2 », à une température de 1000 °C pendant 1 h.

Tableau IV.8: Résultats de la calcination de 100 g carbonate de calcium brut et traité chimiquement à 1000 °C pendant 1 h.

Echantillons ALCAL F15	Masse de CaO (g)	Pourcentage de CaO (%)	Masses de perte au feu (g)	Pourcentage de perte au feu (%)
1	82,02	82,02	17,98	17,98
2	83,95	83,95	16,05	16,05

Les résultats montrent une teneur en CaO de 82,02 % pour l'échantillon non traité, contre 83,95 % pour l'échantillon traité chimiquement. Cette augmentation de près de 2 % indique une amélioration notable de la pureté en oxyde de calcium grâce au traitement chimique préalable.

Parallèlement, la perte au feu, qui reflète la proportion de matières volatiles et de CO₂ libérés lors de la décomposition, passe de 17,98 % pour l'échantillon brut à 16,05 % après traitement. Cette diminution suggère une réduction des impuretés organiques et inorganiques volatiles dans l'échantillon traité.

Ces résultats confirment que le traitement chimique appliqué en amont de la calcination contribue à améliorer la qualité du carbonate de calcium, en augmentant sa teneur en CaO et en réduisant sa perte au feu. L'efficacité du traitement est donc validée par cette étape thermique, qui met en évidence une meilleure pureté et stabilité du produit final.

IV.3.2- Hydratation

L'hydratation est une étape consistant à ajouter de l'eau à l'oxyde de calcium issu de la calcination, entraînant sa transformation en hydroxyde de calcium. Cette réaction, exothermique, conduit à une poudre fine, plus réactive et plus homogène.

L'objectif de cette étape est de transformer l'oxyde de calcium obtenu après la calcination des deux échantillons : le carbonate de calcium brut et celui ayant subi un traitement chimique préalable en hydroxyde de calcium. Cette transformation vise à améliorer la réactivité des matériaux et à éliminer certaines impuretés solubles. L'hydratation permet également d'obtenir une poudre plus homogène et plus adaptée aux analyses comparatives ultérieures entre les deux échantillons.

Le tableau IV.9 présente les résultats obtenus lors de l'hydratation de la chaux vive ALCAL F15, issue de la calcination des deux échantillons précédents. L'échantillon 1 correspond à la chaux vive obtenue à partir du carbonate de calcium brut, tandis que l'échantillon 2 provient du carbonate ayant subi un traitement chimique. L'hydratation a été réalisée selon un rapport solide/liquide de 1 :5. Les valeurs de pH avant et après agitation, les masses finales d'hydroxyde de calcium hydraté, ainsi que les rendements et pourcentages d'augmentation du poids ont été déterminés pour chaque échantillon afin d'évaluer la conformité du processus.

L'hydratation de la chaux vive (CaO) en carbonate de calcium (CaCO_3) est une réaction chimique dont la fiabilité peut être évaluée à travers deux paramètres essentiels : « le rendement de l'hydratation » et « le pourcentage d'augmentation de la poids ». Un rendement élevé associé à une augmentation significative du poids traduit une hydratation complète, tandis que des valeurs faibles peuvent révéler une réaction incomplète.

➤ **Rendement de l'hydratation**

Le pourcentage de rendement de l'hydratation est calculé à l'aide de la formule suivante :

$$R (\%) = \frac{\text{Masse finale d'hydroxyde de calcium hydraté}}{\text{Masse initiale de chaux vive}} \times 100$$

- Le rendement de la chaux éteinte se situe généralement entre 110 % et 130 %.
- Le rendement théorique est de 135,6 %, mais il est rarement atteint en pratique en raison des pertes liées à la filtration et au séchage.
- Un rendement inférieur à 110 % peut traduire une hydratation incomplète de la chaux vive.
- Un rendement supérieur à 130 % peut révéler la présence d'impuretés dans le produit final.
- Il convient de souligner que cette plage de rendement peut varier selon la pureté de la chaux vive utilisée et l'efficacité du procédé d'hydratation. [42]

➤ **Pourcentage d'augmentation du poids**

Le pourcentage d'augmentation de masse est déterminé à l'aide de l'équation suivante :

$$P (\%) = \frac{\text{Poids de la chaux éteinte séchée} - \text{Poids de la chaux vive initiale}}{\text{Poids de la chaux vive initiale}} \times 100$$

- Lors d'une hydratation complète, l'augmentation de masse de la chaux vive est généralement d'environ 25 %.
- En pratique, le pourcentage d'augmentation du poids varie entre 10 % et 25 %.
- Un pourcentage inférieur à 10 % peut indiquer un problème de réaction ; il convient alors de vérifier la pureté de la chaux vive, d'ajuster le rapport eau/chaux vive, d'augmenter la température d'hydratation ou de prolonger le temps de réaction.
- Un pourcentage supérieur à 25 % suggère un excès d'eau ; dans ce cas, il est recommandé de réduire la quantité d'eau utilisée. [42]

Tableau IV.9 : Résultats de l'hydratation de la chaux vive ALCAL F15 pour les échantillons (1 et 2) avec rapport (CaCO_3/Eau) 1 :5 avant et après traitement chimique.

Échantillons	M_0 (g)	Rapport	pH_0	pH_f	M_f (g)	R (%)	Gain de masse (%)
1	82,02	1 :5	12,30	13,53	92,28	112,509	12,509
2	83,95	1 :5	12,64	13,15	96,07	114,437	14,437

- M_0 : Masse initiale de la chaux vive,
- pH_0 (avant l'agitation) ;
- pH_f (après l'agitation)
- Masse finale d'hydroxyde de calcium hydraté ;
- Rendement de l'hydratation (%)

L'hydratation de la chaux vive issue des deux échantillons calcinés a été réalisée dans des conditions identiques, avec un rapport solide/liquide de 1:5. Cette opération vise à convertir le CaO en hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) tout en évaluant l'efficacité du traitement chimique préalable par le biais du rendement d'hydratation et du pourcentage d'augmentation du poids.

a) Rendement d'hydratation

Les résultats montrent un rendement de 112,509 % pour l'échantillon non traité et de 114,437 % pour l'échantillon traité chimiquement. Ces deux valeurs se situent dans la plage de conformité attendue (110 % – 130 %), ce qui indique une hydratation efficace dans les deux cas. L'échantillon ayant subi un traitement chimique affiche toutefois un rendement légèrement supérieur, traduisant une meilleure réactivité de la chaux vive, probablement en lien avec sa pureté plus élevée mise en évidence lors de l'étape de calcination.

b) Pourcentage d'augmentation du poids

Le pourcentage d'augmentation de la masse atteint 12,509 % pour l'échantillon brut et 14,437 % pour l'échantillon traité. Ces valeurs restent dans la fourchette normale (10 % – 25 %) et confirment la bonne qualité de l'hydratation. L'échantillon traité présente un léger avantage, traduisant une meilleure absorption de l'eau, indicateur d'une structure plus réactive ou plus poreuse de la chaux vive.

Les résultats obtenus confirment la conformité du procédé d'hydratation pour les deux échantillons. Toutefois, l'échantillon issu du carbonate de calcium traité chimiquement montre des performances légèrement supérieures tant en rendement qu'en gain de masse, ce qui valide l'efficacité du traitement chimique préalable. Celui-ci semble améliorer la qualité de la chaux vive obtenue, en augmentant sa pureté et sa capacité à réagir efficacement avec l'eau lors de l'hydratation.

IV.3.3- Carbonisation

La carbonisation est une étape au cours de laquelle du dioxyde de carbone est introduit dans une suspension d'hydroxyde de calcium. Ce procédé entraîne la précipitation contrôlée du carbonate de calcium, sous forme solide, à partir de la réaction chimique entre le CO_2 et Ca(OH)_2 .

L'objectif de cette étape est de transformer l'hydroxyde de calcium obtenu après l'hydratation des deux échantillons : le carbonate de calcium brut et celui ayant subi un traitement chimique préalable, en carbonate de calcium précipité. Cette transformation vise à améliorer la pureté du produit final, à contrôler ses caractéristiques morphologiques et à optimiser sa blancheur. La carbonisation permet ainsi d'obtenir une poudre de meilleure qualité, plus adaptée aux applications spécifiques et aux analyses comparatives entre les deux échantillons.

Le tableau IV.10 présente les résultats obtenus lors de la carbonisation des deux échantillons de chaux hydratée ALCAL F15, issus respectivement du carbonate de calcium brut (échantillon 1) et du carbonate ayant subi un traitement chimique préalable (échantillon 2). La carbonisation a été réalisée à un débit constant de 30 L/h, avec un temps d'agitation final de 25 minutes pour chaque échantillon. Les valeurs de pH ont été relevées à différents intervalles de temps au cours du processus, afin de suivre l'évolution du pH pendant la réaction et d'évaluer son impact sur la qualité du carbonate de calcium précipité obtenu. Les valeurs de pH finales ont été notées pour permettre une comparaison entre les deux échantillons.

Tableau IV.10 : Évolution du pH lors de la carbonisation des échantillons ALCAL F15 au bout de 25 mn d'agitation, à un débit constant.

Échantillons ALCAL F15	Débit (L/heure)	pH initiale	Temps d'agitation (min)	pH pendant la carbonisation	pH finale
1	30	12,00	0	12,00	11,61
			5	11,45	
			10	11,75	
			15	10,20	
			20	11,40	
			25	11,61	
2	30	12,50	0	12,50	10,78
			5	11,20	
			10	10,70	
			15	11,11	
			20	10,60	
			25	10,78	

Pour l'échantillon 1, le pH initial élevé (12,00) diminue progressivement pour atteindre 10,20 au bout de 15 minutes, avant de remonter légèrement à 11,61 en fin de réaction. Cette remontée inattendue peut suggérer une réaction incomplète ou une absorption de CO₂ moins efficace.

À l'inverse, l'échantillon 2 présente une évolution plus régulière et cohérente du pH, débutant à 12,50 pour chuter de manière progressive jusqu'à 10,78 après 25 minutes. Cette stabilité de la baisse, sans remontée marquée, indique une carbonisation plus homogène et potentiellement plus aboutie.

Comparativement, l'échantillon 2 se distingue par un meilleur contrôle du pH et une valeur finale plus faible. Ces éléments suggèrent que le traitement chimique préalable a permis d'optimiser la réactivité de la chaux, favorisant une conversion plus complète en carbonate de calcium. Cela a des implications importantes pour la qualité du CaCO_3 formé : un pH plus stable et mieux maîtrisé contribue à la formation de particules plus régulières, un critère clé pour les applications pharmaceutiques et cosmétiques.

Cependant, dans les deux cas, le pH final reste supérieur à 10, alors qu'une valeur autour de 9 est souvent recherchée pour cibler certaines phases cristallines (notamment la calcite) et atteindre les standards cosmétiques. Ce constat souligne la nécessité de poursuivre l'optimisation du procédé, notamment en explorant l'ajout de catalyseurs capables de réguler plus finement le pH et d'assurer une précipitation contrôlée. [42]

Conclusion

Les résultats obtenus à cette étape révèlent l'apport positif d'un traitement chimique préalable sur l'efficacité de la carbonisation. Ils ouvrent également la voie à des ajustements futurs, essentiels pour atteindre les exigences de qualité d'un carbonate de calcium de grade cosmétique.

IV.4- Formulation du dentifrice

IV.4.1- Objectif

L'objectif de cette étude est de développer et de caractériser une suspension pâteuse de dentifrice formulée à partir de carbonates de calcium ayant subi un traitement chimique. Ce dentifrice est comparé à un produit de référence contenant des carbonates de calcium purs, non traités chimiquement. La comparaison vise à évaluer l'impact du traitement chimique sur les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles du dentifrice.

Pour cela, nous avons réalisé des tests d'évaluation tels que l'observation de la blancheur, la mesure du potentiel hydrogène (pH), ainsi que des tests d'écoulement.

IV.4.2- Les caractérisations du dentifrice

Pour évaluer la qualité, la stabilité et l'efficacité du dentifrice, plusieurs caractérisations ont été réalisées, notamment :

a) Caractérisation physico-chimique

Cette étape permet d'évaluer les propriétés fondamentales du dentifrice, notamment à travers :

- Observation visuelle

Avant de passer aux analyses détaillées, une simple observation visuelle a été faite pour comparer les deux formulations. Cela a permis de noter rapidement les différences au niveau de la texture, de l'homogénéité et de l'aspect général entre le produit de référence et celui contenant le carbonate de calcium précipité après traitement chimique.

	Formulation du produit de référence à base de CaCO_3 non traité chimiquement.	Formulation du dentifrice contenant du carbonate de calcium précipité, obtenu après traitement chimique.
Figures		

Figure IV.4 : Comparaison de la texture et de l'homogénéité des formulations de dentifrice (produit de référence à base de CaCO_3 non traité vs. CaCO_3 traité chimiquement).

L'observation visuelle met en évidence des différences notables entre les deux formulations. Le dentifrice formulé à partir du carbonate de calcium précipité après traitement chimique présente une texture beaucoup plus lisse, homogène, et une couleur plus blanche par rapport au produit de référence contenant du CaCO_3 non traité. Ces caractéristiques visuelles suggèrent une meilleure dispersion du carbonate de calcium traité dans la matrice du dentifrice, ce qui peut être attribué à une amélioration de sa pureté et de sa finesse après traitement.

- Mesure de pH

Le tableau IV.11 présente les valeurs de pH des différentes formulations de dentifrice :

Tableau IV.11 : Propriétés physico-chimiques des suspensions pour les deux essais (Produits de référence et le CaCO_3).

Suspension	pH
Produits de référence	6,50
CaCO_3	6,4

Le tableau présente les valeurs de pH mesurées pour deux formulations de dentifrice :

- Produit de référence : contient du carbonate de calcium non traité, avec un pH de 6,50.
- Formulation CaCO_3 : contient du carbonate de calcium après traitement, avec un pH de 6,84.

Ces deux valeurs se situent dans la plage idéale du pH pour les dentifrices, qui est comprise entre 6 et 8, afin de respecter l'équilibre buccal sans agresser les muqueuses ni favoriser la déminéralisation dentaire. Légèrement plus alcalin, le pH de la formulation traitée (6,84) peut être attribué à une réduction des impuretés acides après traitement du carbonate de calcium. Cela peut traduire une meilleure pureté ou une modification chimique qui améliore la stabilité ou la douceur du produit final.

b) Caractérisation rhéologique

Cette caractérisation permet d'analyser le comportement à l'écoulement du dentifrice afin d'évaluer sa consistance, sa stabilité et sa facilité d'utilisation au moment du brossage :

- Teste d'écoulement de la suspension de référence et à base de CaCO_3

Les figures IV.5 et IV.6 illustrent le comportement rhéologique de deux formulations de dentifrice, élaborées respectivement à partir de carbonate de calcium non traité chimiquement (graphique a) et de carbonate ayant subi un traitement chimique (graphique b). L'axe des ordonnées représente la viscosité (η), exprimée en Pascal·seconde ($\text{Pa}\cdot\text{s}$), tandis que l'axe des abscisses correspond au taux de cisaillement (en s^{-1}). Les courbes obtenues permettent d'apprécier l'évolution de la viscosité en fonction de l'intensité du cisaillement appliqué.

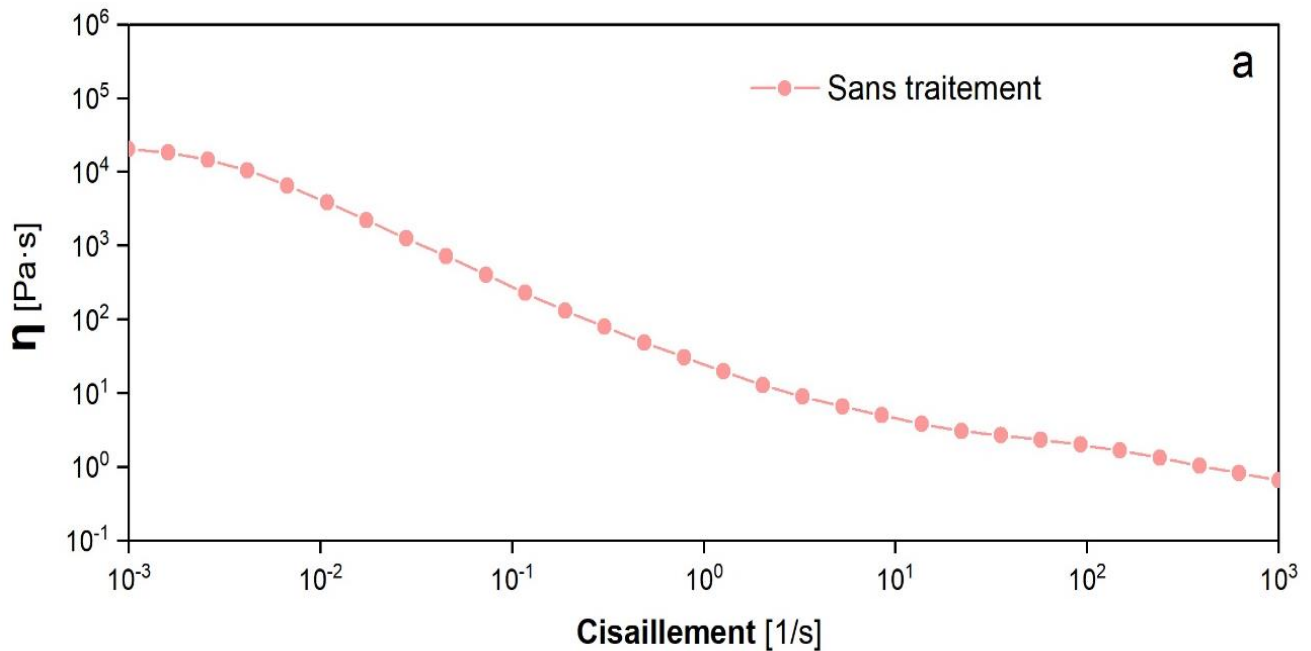


Figure IV.5 : Courbe d'écoulement du dentifrice à base de carbonate de calcium précipité non traité.

Dans les deux cas (sans traitement et après traitement du carbonate de calcium), les courbes révèlent un comportement pseudoplastique typique des fluides non newtoniens : la viscosité apparente diminue progressivement avec l'augmentation du taux de cisaillement. Ce comportement est particulièrement recherché dans les formulations de dentifrice, car il permet de concilier bonne tenue à l'état de repos et facilité d'application lors de l'usage. Trois zones distinctes émergent de cette analyse :

1. Zone de faible vitesse de cisaillement (10^{-3} à 10^{-1} s^{-1}) :

Dans cette zone, la viscosité est très élevée, traduisant une structure interne organisée et cohésive. On note que la formulation avec carbonate traité (graphique b) présente une viscosité initiale plus élevée que celle contenant le carbonate non traité (graphique a). Cette différence suggère que le traitement chimique renforce les interactions internes de la pâte, possiblement par une meilleure dispersion ou une plus grande surface d'interaction des particules traitées.

2. Zone de vitesse de cisaillement critique ($\sim 10^0$ à 10^1 s^{-1})

Ici, on observe une diminution marquée de la viscosité. Cette phase correspond à la désorganisation progressive du réseau structuré sous l'effet du cisaillement. Les deux formulations montrent un profil de rhéofluidification similaire, bien que la formulation traitée conserve une viscosité légèrement supérieure, indiquant une résistance plus forte à la

déstructuration. Cela pourrait être bénéfique pour assurer une bonne homogénéité à la sortie du tube, sans écoulement incontrôlé.

3. Zone de vitesse de cisaillement très élevée ($>10^1 \text{ s}^{-1}$)

À ce stade, la viscosité tend à se stabiliser à des valeurs faibles. Cela traduit l'établissement d'un régime d'écoulement fluide, où la structure interne est totalement rompue. Cette fluidité est essentielle pour permettre une bonne extrudabilité du dentifrice lors de l'application sur la brosse, ainsi qu'un étalement facile sous l'effet du brossage. Les deux formulations présentent ici un comportement similaire, confirmant que le traitement n'altère pas la facilité d'utilisation finale du produit.

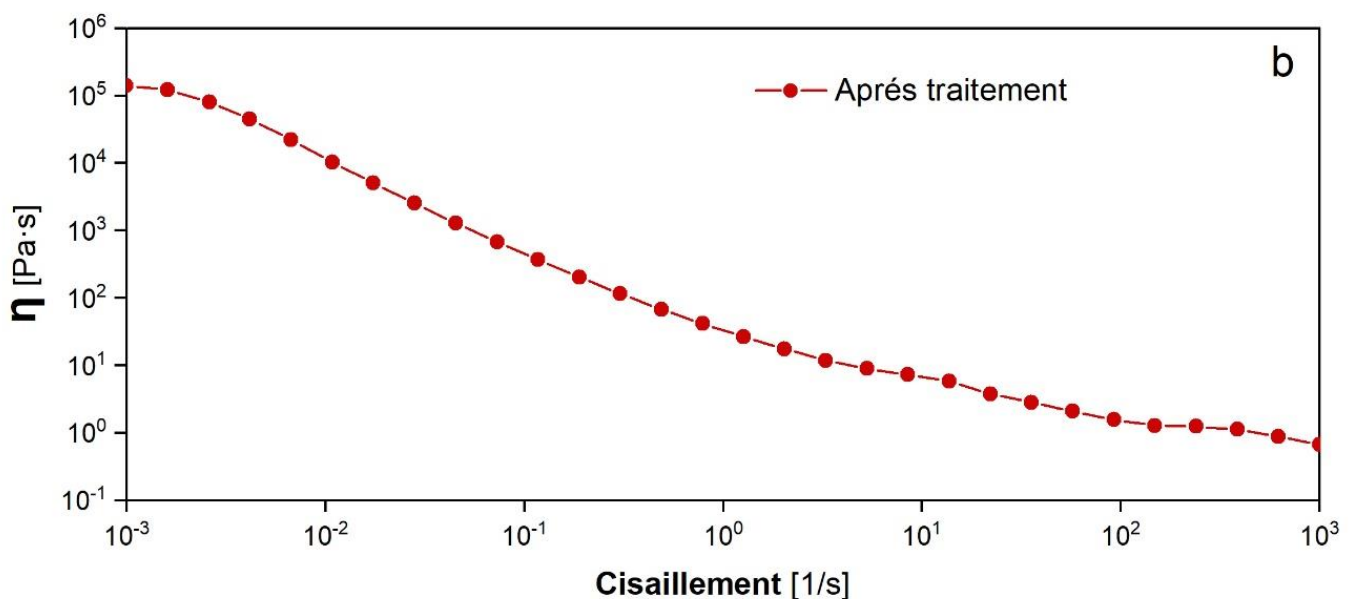


Figure IV.6 : Courbe d'écoulement du dentifrice à base de carbonate de calcium précipité après traitement chimique.

En conclusion, le traitement chimique appliqué au carbonate de calcium précipité s'avère bénéfique à plusieurs niveaux. Il améliore non seulement la structuration de la pâte à faible cisaillement « ce qui renforce sa stabilité à l'état de repos » mais permet aussi de conserver un bon profil pseudoplastique, garantissant une application facile et agréable. Par ailleurs, les observations expérimentales confirment que la formulation à base de carbonate traité présente une blancheur plus marquée, ce qui constitue un avantage esthétique notable dans le domaine des soins bucco-dentaires. Ces résultats suggèrent donc que le carbonate de calcium traité est plus performant, à la fois en termes de texture et d'efficacité visuelle, rendant son utilisation plus favorable pour la formulation de dentifrices optimisés.

CONCLUSION GENERALE

Ce travail de fin d'études avait pour objectif d'améliorer la blancheur du carbonate de calcium algérien à travers des traitements chimiques ciblés, dans le but de le rendre plus adapté aux exigences des secteurs pharmaceutique et cosmétique. L'étude a permis d'évaluer l'efficacité de deux agents purifiants majeurs : le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et l'EDTA, en testant différentes concentrations et volumes pour optimiser leurs effets.

Les résultats expérimentaux ont mis en évidence que le traitement au peroxyde d'hydrogène, à une concentration de 5 % et un volume de 20 %, a permis d'atteindre une teneur en CaO de 80,01 %, signe d'une blancheur nettement améliorée. Ce procédé s'est avéré particulièrement efficace pour éliminer les impuretés colorées tout en conservant la structure du carbonate de calcium.

De son côté, l'EDTA, utilisé à une concentration de 0,2 M et un volume de 50 mL, a donné un carbonate avec une teneur en CaO de 79,896 %. Ce résultat confirme la capacité de l'EDTA à éliminer les ions métalliques colorants, en particulier dans des conditions bien définies, assurant une pureté chimique appréciable et une blancheur correcte.

L'analyse colorimétrique par le chromamètre CR-400 a permis d'objectiver ces améliorations, en comparant les teintes des échantillons avant et après traitement. Ces données confirment l'impact positif des méthodes utilisées sur l'apparence et la qualité du matériau.

Enfin, les expériences de purification par carbonisation ont souligné l'importance du contrôle précis du pH et la possibilité d'optimiser davantage ce procédé, notamment par l'ajout de catalyseurs pour améliorer la précipitation et la blancheur du produit final.

Par ailleurs, l'intégration du carbonate de calcium traité chimiquement dans une formulation de dentifrice a permis d'évaluer concrètement l'impact de la purification sur un produit fini. Les analyses physico-chimiques et rhéologiques ont démontré que le carbonate traité confère au dentifrice une texture plus homogène, une blancheur visuellement plus marquée, ainsi qu'un pH stable et compatible avec un usage bucco-dentaire. De plus, son comportement rhéologique pseudoplastique renforcé traduit une meilleure stabilité à l'état de repos et une application plus aisée lors du brossage. Ces résultats confirment que l'amélioration de la pureté et de la finesse du carbonate de calcium traité se traduit par des performances

accrues dans les formulations finales, renforçant ainsi son potentiel d'utilisation dans les produits d'hygiène et de soin dentaire.

En conclusion, cette étude a permis d'obtenir des résultats très encourageants. L'approche combinée des traitements chimiques a montré qu'il est possible, avec des méthodes simples et accessibles, de produire un carbonate de calcium à haute blancheur, valorisable localement et conforme aux exigences des industries à forte valeur ajoutée.

Annexe

Tableau V.1 : Certificat d'analyse du peroxyde d'hydrogène à 35 %.

Elément	Spécification	Résultats
Reference	CL3401.K35	-
Numéro de lot	CM3401.D102335	-
Date de production	Mars 24	-
Date d'expiration	Juillet 26	-
Numéro de CAS	772-84-1	-
Formule moléculaire	H ₂ O ₂	-
Masse moléculaire	34,014 g/mol	-
Essai (%)	35±0,5	35,5
Décomposition(96°C/16h)	≤ 1,0	1,6
Oxygène actif	≥ 6,0	6,3
Point de congélation	≤-50°C	-57°C
Densité à 20°C	1,130±	-
pH	1,0-2,0	1,6

Les références bibliographiques

- [1] N. Adib, « Le carbonate de calcium : propriétés, usages et gisements », *Revue des Matériaux Inorganiques*, vol. 18, n°2, pp. 101-112, 2018.
- [2] M. Belkacem et A. Saidi, « Ressources minérales en Algérie : potentiel et perspectives industrielles », *Journal Algérien des Ressources Naturelles*, vol. 12, pp. 45-57, 2020.
- [3] P. Martin et J. Leroy, « Importance de la blancheur des charges minérales dans les produits cosmétiques », *Cosmetic Science Review*, vol. 25, n°1, pp. 33-40, 2017.
- [4] B. Touati, « Étude des impuretés métalliques dans les carbonates naturels », *Bulletin de Minéralogie Appliquée*, vol. 9, n°3, pp. 78-86, 2016.
- [5] A. Hachani et M. Zemmouri, « Optimisation de la blancheur du CaCO_3 par traitements combinés », *Revue des Procédés Industriels*, vol. 14, n°2, pp. 88-96, 2019.
- [6] S. Brahimi, « Techniques de blanchiment des minéraux : comparaison entre procédés chimiques et physiques », *Matériaux & Technologies*, vol. 23, n°4, pp. 127-139, 2021.
- [7] D. Muller, « Le peroxyde d'hydrogène : propriétés, usages et applications en purification minérale », *Chimie Verte et Environnement*, vol. 30, pp. 61-70, 2015.
- [8] M. Kaci, « Complexation des métaux lourds par l'EDTA dans les matrices minérales », *Revue de Génie des Procédés*, n°89, pp. 19-26, 2018.
- [9] A. Tlemçani, « Procédés thermiques de purification des carbonates naturels », *Thermochimie Appliquée*, vol. 6, n°1, pp. 53-61, 2020.
- [10] L. Bernard et C. Fontaine, « Les exigences des industries cosmétiques en matière de matières premières minérales », *Revue Française de Cosmétologie*, vol. 17, pp. 11-21, 2019.
- [11] Atkins, P., & Jones, L. (2010). *Chimie : Molécules, matière et transformations*. De Boeck.
- [12] Reeder, R. J. (1983). *Carbonates : Mineralogy and Chemistry*. *Reviews in Mineralogy*, Vol. 11.
- [13] Deer, W.A., Howie, R.A., & Zussman, J. (1992). *An Introduction to the Rock-Forming Minerals*. Longman.
- [14] Plummer, L. N., & Busenberg, E. (1982). The solubilities of calcite, aragonite and vaterite in CO_2 - H_2O solutions. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 46(6), 1011–1040.

- [15] Addadi, L., Raz, S., & Weiner, S. (2003). Taking advantage of disorder: amorphous calcium carbonate and its roles in biomineralization. *Advanced Materials*, 15(12), 959–970.
- [16] Demichelis, R. et al. (2011). Stable prenucleation mineral clusters are liquid-like ionic polymers. *Nature Communications*, 2(1), 1–8.
- [17] Agence Nationale des Activités Minières (ANAM). Rapport sur les ressources en carbonate de calcium en Algérie. Ministère de l'Énergie et des Mines, Alger, 2021.
- [18] World Bank. (2021). Algeria calcium carbonate powder imports (2021). World Integrated Trade Solution (WITS). <https://wits.worldbank.org>
- [19] Ministère de l'Énergie et des Mines. (S.d.). Rapports d'activité et données minières en Algérie. <http://www.mem.gov.dz>
- [20] United States Geological Survey (USGS). Mineral Commodity Summaries: Calcium Carbonate. Washington DC : US Department of the Interior, 2020.
- [21] Impact of calcium carbonate performance parameters. <https://www.cowinextrusion.com>
- [22] Factors affecting the whiteness of calcium carbonate and solutions. <https://www.epic-powder.com>
- [23] What is the Lab-Color-Space. <https://www.chnspec.net>
- [24] Worrall, W. E. (1975). *Clays and Ceramic Raw Materials*. Springer.
- [25] Taylor, H. F. W. (1997). *Cement Chemistry*. Thomas Telford Publishing.
- [26] Boynton, R. S. (1980). *Chemistry and Technology of Lime and Limestone*. Wiley-Interscience.
- [27] Peroxyde D'hydrogène <https://fr.wikipedia.org/>
- [28] Peroxyde-dhydrogene <https://new.societechimiquedefrance.f>
- [29] THÈSE PRÉSENTÉE À L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES <https://depot-e.uqtr.ca/>
- [30] Greenwood, N. N., & Earnshaw, A. (1997). *Chemistry of the Elements* (2nd ed.). Butterworth-Heinemann.

- [31] M. Flury, J. Leuenberger, & M. Stockli (1995). "Chelating agents in the environment: New studies on the behavior of EDTA in soils and groundwater." *Environmental Science and Technology*, 29(5), 1585–1590.
- [32] Snoeyink, V. L., & Jenkins, D. (1980). *Water Chemistry*. John Wiley & Sons.
- [33] Traitement-de-l'Eau-Dans-l'Industrie Textile <https://fr.scribd.com/>
- [34] Methods and characteristics of iron removal and whitening <https://www.epicmilling.com/>
- [35] Les pretraitements <https://www.textile-technique.com>
- [36] Traitement-de-l-Eau-Dans-l-Industrie-Textile <https://fr.scribd.com/>
- [37] Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry (2012), article Bleaching
- [38] McKetta, J. J. (Ed.). *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*, Vol. 43
- [39] Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Calcium Compounds. Wiley-VCH, 2014.
- [40] Mémoire belghoul amira , bouacha abir, Contribution à la valorisation des carbonates de calcium du gisement de COSIDER.(Constantine).ENP2018.
- [41] Mémoire thaibaoui khalil Essais d'amélioration de l'indice de blancheur du minerai de carbonate de calcium du gisement d'EL-Khroub.juin 2009.
- [41] Mémoire de LANDJAS Nihad, HERAOUI Ghoulém Abdellah, SID Manel Soumia , Blida, Production du carbonate de calcium de grade pharmaceutique à partir des roches minières Algériennes.2024.
- [43] LABTECH. (s. d.). *BI-DISTILLATEUR D'EAU INOX AUTOMATIQUE LABTECH – 4 L/H*. <https://khiatlabo.com/produit/bi-distillateur-deau-inox-automatique-labtech-4-lh>
- [44] KNF. *LABOPORT N 820.3 FT.18*. <https://knf.com/fr/fr/solutions/equipement-de-laboratoire/details/laboport-n-8203-ft18>
- [45] Memmert. (s. d.). *Étuve universelle*. <https://www.memmert.com/fr/produit/etuves-etuves-de-sechage/etuve-universelle>
- [46] KERN. (s. d.). *KERN ABJ-NM balance analytique*. <https://profilab24.com/fr/laboratoire/balances/kern-abj-nm-balance-analytique>

[47] Fourni-Labo. (s. d.). *Agitateur Magnétique Chauffant Basique*. <https://www.fourni-labo.fr/produit/agitateur-magnetique-chauffant-basique>

[48] Nabertherm. *Fours moufle jusqu'à 1100 °C ou 1200 °C* | Nabertherm. Consulté sur le World Wide Web : <https://nabertherm.com/fr/produits/labor/fours-moufle/fours-moufle-jusqua-1100-degc-ou-1200-degc>

[49] Sivapathasundharam, B. (2012). *Textbook of Dental Materials* (2nd ed.). Elsevier.

