



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

Mémoire de master professionnel

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

Spécialité : Master 2 en Pharmacie Industrielle

Production du carbonate de calcium de grade
pharmaceutique à partir des roches minières Algériennes :
Purification et caractérisation.

Présentée par :

LANDJAS Nihad

HERAOUI Ghoulam Abdellah

SID Manel Soumia

Encadré par :

Pr. Zafour-Hadj-Ziane Amel

Pr. Zermane Faiza

Année universitaire : 2023/2024

ملخص

هدفت هذه الدراسة إلى إنتاج كربونات الكالسيوم المترسبة من الحجر الجيري الذي يُستخرج من رواسب نيريتية في الجزائر، والذي يتميز بنقاوته الكيميائية العالية وبياضه المرتفع، مع الالتزام بالمعايير الصيدلانية. الهدف من ذلك هو تقليل واردات كربونات الكالسيوم إلى الجزائر وتشجيع الإنتاج المحلي.

يتكون عملية تنقية كربونات الكالسيوم من ثلاث مراحل رئيسية: الاحتراق، التحريض، والكربنة. خلال مرحلة الاحتراق، تم تحويل الحجر الجيري إلى كلس حي، الذي يُحفظ بعد ذلك للحصول على الكلس المطفأ. ومع ذلك، لم تُمكن المرحلة الأخيرة، الكربنة، من تحقيق عائد عالٍ بسبب عوامل متعددة تؤثر على العملية، مثل تركيز ثاني أكسيد الكربون، ودرجة الحموضة في البيئة، ودرجة الحرارة.

لتوصيف المواد المنتجة، تم إجراء تحاليل XRF (التألق بالأشعة السينية) و DRX (انحراف الأشعة السينية) على كربونات الكالسيوم المستخلصة (GCC) والكلس المطفأ. أظهرت النتائج أن كربونات الكالسيوم المستخرجة تحتوي على العديد من الشوائب ونسبة منخفضة من المادة النقية، بينما كان الكلس المطفأ يظهر نقاوة عالية وتراكيز منخفضة للشوائب.

لتقييم المنتج النهائي، تم تحضير معلق مرجعي لمقارنة تكون طبقة كربونات الكالسيوم المنتجة. تم إجراء دراسة ريولوجية على هذا المعلق المرجعي بالإضافة إلى المنتج النهائي لتقييم الخصائص والأداء المقارن.

الكلمات الرئيسية ($CaCO_3$) ، تنقية، مترسب، كلس حي، كلس مطفأ.

Summarize

This study aims to produce precipitated calcium carbonate from neritic limestone extracted from an Algerian deposit, distinguished by its high chemical purity and elevated whiteness, while adhering to pharmaceutical standards. The objective is to reduce calcium carbonate imports into Algeria and promote local production.

The calcium carbonate purification process comprises three main stages: calcination, hydration, and carbonation. During calcination, limestone is transformed into quicklime, which is then hydrated to obtain slaked lime. However, the last stage, carbonation, did not yield high efficiency due to various factors influencing the process, such as CO₂ concentration, environmental pH, and temperature.

To characterize the produced materials, XRF (X-ray fluorescence) and XRD (X-ray diffraction) analyses were performed on the extracted calcium carbonate (GCC) and slaked lime. Results showed that extracted calcium carbonate contained numerous impurities and low pure substance content, whereas slaked lime exhibited high purity and low impurity concentrations.

To evaluate the final product, a reference suspension was prepared to compare the raft formation of the produced calcium carbonate. Rheological study was conducted on this reference suspension as well as on the final product to assess comparative characteristics and performance.

Keywords: (CaCO₃), purification, precipitate, quicklime, slaked lime.

Résumer

Cette étude vise à produire du carbonate de calcium précipité à partir du calcaire d'origine néritique extrait d'un gisement Algérien, qui se distingue par sa grande pureté chimique et sa blancheur élevée, tout en respectant les normes pharmaceutiques. L'objectif est de réduire les importations de carbonate de calcium en Algérie et de favoriser la production locale.

Le processus de purification du carbonate de calcium comprend trois étapes principales : la calcination, l'hydratation et la carbonatation. Durant la calcination, le calcaire a été transformé en chaux vive, qui est ensuite hydratée pour obtenir de la chaux éteinte. Toutefois, la dernière étape, la carbonatation, n'a pas permis d'obtenir un rendement élevé en raison de divers facteurs influençant le processus, tels que la concentration en CO₂, le pH de l'environnement et la température.

Pour caractériser les matériaux produits, des analyses XRF (fluorescence X) et DRX (diffraction des rayons X) ont été réalisées sur le carbonate de calcium extrait (GCC) et la chaux éteinte. Les résultats ont montré que le carbonate de calcium extrait contenait de nombreuses impuretés et une faible teneur en substance pure, tandis que la chaux éteinte présentait une pureté élevée et de faibles concentrations d'impuretés.

Pour évaluer le produit final, une suspension de référence a été préparée afin de comparer la formation de radeau du carbonate de calcium produit. Une étude rhéologique a été menée sur cette suspension de référence ainsi que sur le produit final pour en évaluer les caractéristiques et les performances comparatives.

Mots clés : (CaCO₃), purification, précipité, chaux vive, chaux éteinte

Remerciement

Nous souhaitons tout d'abord exprimer notre reconnaissance à Dieu le Tout-Puissant et Miséricordieux, qui nous a accordé la force et la patience nécessaires pour mener à bien ce modeste travail.

Nos sincères remerciements vont à nos professeurs,

Madame Hadj-Ziane Amel

Et ***Madame Zermane Faiza,***

Pour nous avoir offert l'opportunité d'intégrer ce programme de master professionnel. Leurs conseils précieux et leur soutien constant ont été d'une aide inestimable pour mener à bien notre projet.

Nous exprimons également notre gratitude aux membres du jury pour l'attention qu'ils ont portée à notre travail en acceptant de l'examiner et en fournissant des suggestions constructives pour son amélioration.

Enfin, nous tenons à remercier chaleureusement toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail :

Benkacimi Manel,

Chahih Amel,

Oussama Bentriddi,

Et ***Bouchakhou Zahra***

Pour votre soutien et vos encouragements ont été d'une importance capitale tout au long de ce parcours.

Dédicace

Je dédie ce mémoire à ma famille, dont le soutien infaillible et l'amour inconditionnel m'ont permis de réaliser ce projet. À mes parents :

Mon père, LANDJAS Ahmed

Ma mère, BOULKHAROUF Djahida

pour leurs encouragements constants et leurs sacrifices innombrables.

Je souhaite également remercier profondément chaque membre de ma famille:

Mon mari, DJEBBAR MOHAMED EL AMINE

Ma sœur, Chahrazed

MOUSSAOUI Halim

Djouri

pour leur patience et leur compréhension durant les moments difficiles. Votre présence à mes côtés a été une source de force et de réconfort inestimable.

Je remercie également mes professeurs et encadrants, dont les conseils avisés et la bienveillance ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire.



LANDJAS Nihad

Eps DJEBBAR

Dédicace

À ma famille, pour leur amour infini, leur soutien inconditionnel et leurs sacrifices sans fin. Leur foi en moi m'a donné la force de poursuivre mes rêves.

À mes amis, pour les éclats de rire partagés, les nuits blanches d'étude, les moments de détente qui ont rendu cette aventure inoubliable et pour leurs encouragements constants sur lesquelles j'ai pu m'appuyer dans les moments difficiles.

À mes professeurs, pour leur patience, leur expertise et leur passion pour l'enseignement qui m'ont guidé tout au long de ce parcours académique.

À toutes les personnes qui ont croisé mon chemin et m'ont apporté leur aide, leur inspiration et leur amitié, je vous suis profondément reconnaissant.

Ce mémoire est dédié à vous tous, car chacun d'entre vous a contribué, à sa manière, à la personne que je suis aujourd'hui et aux accomplissements que je célèbre.



HERAOUI
Ghoulem Abdellah

Dédicace

Avec mes remerciements, je dédie cet humble travail à ceux qui ont su accueillir les conditions, même les plus originales, sans jamais se décourager.

À l'homme envoyé par Dieu, à qui je dois ma vie et ma réussite. Nous l'avouons : mon père, Sid Ali, que Dieu ait son âme en miséricorde, t'aimait énormément.

À la femme qui a toujours été là pour moi sans jamais me faire souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui a fait d'innombrables efforts pour m'aider : ma chère mère, analphabète mais dévouée et fidèle.

*À mon cher frère Abdel Karim je t'aime très fort mon petit Prince
A mon meilleur connaissance argoub Mohamed Fouad pour son amour,
pour sa grande patience, Je le remercie chaleureusement surtout pour son soutien moral ininterrompu et ses nombreux conseils tout le long de ma thèse*

À ma merveilleuse petite sœur, Sid Nariman, qui sait toujours comment apporter de la joie à toute la famille.

Merci pour votre amour et vos encouragements. Je vous aime tous énormément.

Sans oublier mes amies Niama, Sonia et Rania pour leur soutien moral et leur patience. Je vous suis infiniment reconnaissant.



Sid

Manel Soumia

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE 1 : LE CARBONATE DE CALCIUM	
I. Généralité sur le carbonate de calcium.....	2
II. Carbonate de calcium en Algérie	4
CHAPITRE 2 : LA PURIFICATION DE CARBONATE DE CALCIUM	
I. La purification de carbonate de calcium.....	7
II. Domaine d'application	14
CHAPITRE 3 : Les suspensions pharmaceutiques	
I. La suspension	17
II. Etat de l'art.....	20
CHAPITRE 4 : MATERIEL ET METHODE	
1) Objectifs	22
2) Calcination	22
3) Hydratation	23
4) Carbonatation	26
5) Les analyses de carbonate de calcium précipité.....	27
6) Formulation des suspensions pharmaceutiques.....	27
7) Caractérisation du radeau.....	28
CHAPITRE 5 : DISCUSSIONS ET RESULTATS	
1) La matière première.....	29
2) Calcination.....	35
3) Hydratation.....	48
4) Carbonatation.....	61
5) Les analyses de la chaux éteinte.....	62
6) Formulation d'une suspension anti reflux.....	67
CONCLUSION GENERALE.....	74
Annexe.....	76
Les références bibliographiques	

LISTE DES ILLUSTRATIONS ET GRAPHIQUES

CHAPITRE 1 : LE CARBONATE DE CALCIUM

Figure 1.1 : Représente la structure chimique du CaCO_3	2
Figure 1.2 : Les différentes roches de carbonate de calcium.....	4
Figure 1.3 : Les travaux de foration (El Madjen).....	6
Figure 1.4: Les échantillons Prélevés (El Madjen) après la foration.....	6

CHAPITRE 2 : LA PURIFICATION DE CARBONATE DE CALCIUM

Figure 2.1 : Organigramme des processus de purification du CaCO_3	9
Figure 2.2 : Etapes de la calcination par le modèle du noyau.....	10
Figure 2.3 : Schéma donnant les principales étapes du procédé de carbonatation du carbonate de calcium (CaCO_3).....	13

CHAPITRE 4 : MATERIEL ET METHODE

Figure 4.1 : Représentant les creusets introduits dans la chambre à chauffage.....	23
Figure 4.2 : La suspension chaux vive/eau sous l'agitation.....	25
Figure 4.3 : La pompe à vide à membrane utilisé pour la filtration.....	25
Figure 4.4 : Représente l'agitation de la suspension pendant l'injection de CO_2	25

CHAPITRE 5 : DISCUSSIONS ET RESULTATS

Figure 5.1 : Les échantillons de carbonate de calcium.....	29
Figure 5.2 : Représente le carbonate de calcium « ALCAL F15 ».....	30
Figure 5.3 : Représente les caractérisations chimique et physique de la poudre d'ALCAL F15...	30
Figure 5.4 : Représente l'analyse granulométrique de la poudre d'ALCAL F15.....	31
Figure 5.5 : Représente le carbonate de calcium « ALCAL 200 ».....	31
Figure 5.6 : Représente les caractérisations chimique et physique de la poudre d'ALCAL 200...	32
Figure 5.7 : Représente la fiche technique du CaCO_3 ALCAL 200.....	32

Figure 5.8: Graphe de diagramme de diffraction des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 (CaCO ₃).....	33
Figure 5.9 : Composition élémentaire en (CaCO ₃).....	34
Figure 5.10 : Représente le graphique du pourcentage de CaO des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 en fonction du temps.....	38
Figure 5.11 : Représente le graphique de la perte au feu des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 pendant la calcination.....	39
Figure 5.12 : Représente le graphique du pourcentage de CaO des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 en fonction du temps de la 2 ^{ème} optimisation.....	42
Figure 5.13 : Représente le graphique du pourcentage de la perte au feu des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 en fonction du temps de la 2 ^{ème} optimisation.....	43
Figure 5.14 : Représente le graphique de pourcentage de CaO des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200.....	46
Figure 5.15 : Représente le graphique de la perte au feu des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 pendant la calcination.....	47
Figure 5.16 : Graphe de diagramme de diffraction des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 [Ca(OH) ₂].....	63
Figure 5.17 : Donnant la composition des phases en pourcentage des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 du [Ca(OH) ₂].....	64
Figure 5.18 : Composition élémentaire en [Ca(OH) ₂] et (CaCO ₃).....	64
Figure 5.19 : Représente l'image microscopique dispersion du CaCO ₃ dans la suspension de référence.....	68
Figure 5.20 : Représente l'image microscopique dispersion du [Ca(OH) ₂].....	68
Figure 5.21 : Représentant le radeau dans les 2 suspensions.....	69
Figure 5.22 : Courbes d'écoulement de la suspension de référence.....	70
Figure 5.23 : Courbes d'écoulement de la suspension à base d'hydroxyde de calcium.....	71
Figure 5.24 : Comportement viscoélastique de la suspension de référence.....	72
Figure 5.25 : Comportement viscoélastique de la suspension à base de Ca(OH) ₂	72

CHAPITRE 6 : ANNEXE.

Figure 6.1 : Graphe du Spectre de Fluorescence X (XRF) du Carbonate de Calcium (CaCO_3) et Analyse des Impuretés.76

Figure 6.2 : Graphe du Spectre de Fluorescence X (XRF) de l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)_2) et Analyse des Impuretés.....77

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE 1 : LE CARBONATE DE CALCIUM

Tableau 1.1 : Représente les propriétés typiques, les analyses élémentaires et la masse moléculaire du CaCO_33

CHAPITRE 2 : LA PURIFICATION DE CARBONATE DE CALCIUM

Tableau 2.1 : Les caractéristiques et Limites d'acceptation du (CCP).....8

Tableau 2.2 : Donnant quelques exemples sur le rôle que peut apporter le (CaCO_3) en tant qu'excipient pour les formulations pharmaceutiques.....15

Tableau 2.3 : Donnant quelques exemples sur le rôle que peut apporter le (CaCO_3) en tant que principe-actif pour les formulations pharmaceutiques.....16

CHAPITRE 4 : MATERIEL ET METHODE

Tableau 4.1 : Les appareils utilisés pour l'hydratation.....23

CHAPITRE 5 : DISCUSSIONS ET RESULTATS

Tableau 5.1: Représente les détails d'identification de l'analyse DRX des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 (CaCO_3).....34

Tableau 5.2 : Les résultats de l'Analyse par Fluorescence des Rayons X (XRF) du Carbonate de Calcium (CaCO_3).....35

Tableau 5.3 : Représente la 1^{ère} optimisation de température (ALCAL F15).....36

Tableau 5.4 : Représente la 1^{ère} optimisation de température (ALCAL 200).....37

Tableau 5.5 : Représente la 2^{ème} optimisation de température (ALCAL F15).....40

Tableau 5.6 : Représente la 1^{ère} optimisation de température (ALCAL 200).....41

Tableau 5.7 : Résultats de 3 -ème optimisation de température, t=1h (ALCAL F15).....44

Tableau 5.8 : Résultats de 3 -ème optimisation de température, t=1h (ALCAL 200).....44

Tableau 5.9 : Résultats de l'hydratation de la 1^{er} optimisation (ALCAL F15).....50

Tableau 5.10 : Résultats de l'hydratation de la 1^{er} optimisation (ALCAL 200).....52

Tableau 5.11 : Résultats de l'hydratation de la 2^{ème} optimisation (ALCAL F15).....54

Tableau 5.12 : Résultats de l'hydratation de la 2 ^{ème} optimisation (ALCAL 200).....	56
Tableau 5.13 : Résultats de l'hydratation de la 3 ^{ème} optimisation (ALCAL F15).....	58
Tableau 5.14 : Résultats de l'hydratation de la 3 ^{ème} optimisation (ALCAL 200).....	60
Tableau 5.15 : Résultats de la carbonatation de la chaux éteinte.....	61
Tableau 5.16 : Représente les détails d'identification de l'analyse DRX des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 [Ca(OH) ₂] de la phase portlandite.....	65
Tableau 5.17 : Représente les détails d'identification de l'analyse DRX des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 (CaCO ₃) de la phase calcite.....	65
Tableau 5.18 : Les résultats de l'Analyse par Fluorescence des Rayons X (XRF) du hydroxyde de calcium (Ca(OH) ₂).....	66
Tableau 5.19 : Propriétés physico-chimiques des suspensions pour les deux essais (Produits de référence et le Ca(OH) ₂).....	69
Tableau 5.20 : Paramètres de l'activité anti reflux (Produits de référence et le Ca(OH) ₂) anti reflux (Produits de référence et le Ca(OH) ₂).....	70

INTRODUCTION GENERALE

Le carbonate de calcium (CaCO_3) est un composé inorganique constitué d'un ion carbonate (CO_3^{2-}) et d'un ion calcium (Ca^{2+}). C'est un minéral naturel qui se trouve principalement dans des roches sédimentaires comme le calcaire et la craie...etc. ^[1]

Le CaCO_3 revêt une importance considérable pour l'Algérie en raison de ses multiples applications industrielles et économiques. En vue de ces réserves significatives de calcaire, qui est la principale source de carbonate de calcium. Le pays dispose de carrières de calcaire de haute pureté, essentielles pour produire du carbonate de calcium de qualité, comme les carrières de la région de Constantine, de Tébessa, d'Oum el Bouaghi, de Béjaia, etc... .

L'exploitation du calcaire en Algérie est menée par plusieurs entreprises nationales et internationales. Ces dernières années, plusieurs projets ont été lancés pour augmenter la production locale de carbonate de calcium et réduire les importations. L'Algérie a développé une stratégie visant à valoriser ses ressources minières, y compris le carbonate de calcium, afin de soutenir ses industries et diminuer sa dépendance aux importations.

L'objectif de cette recherche est de présenter une étude exhaustive du processus de purification du carbonate de calcium, visant à transformer le CaCO_3 extrait des roches Algériennes en un carbonate de calcium précipité de haute qualité, répondant ainsi aux exigences des industries pharmaceutiques et cosmétiques. De plus, il s'agit de promouvoir la production locale du carbonate de calcium afin de réduire la dépendance aux importations de matières premières. Cette initiative est motivée par le déficit de production nationale de carbonate de calcium conforme aux normes pharmaceutiques.

Cette étude se concentre sur les étapes clés du processus, telles que la calcination, l'hydratation et la carbonatation, dans le but d'atteindre un niveau de qualité pharmaceutique. Nous aspirons à enrichir les connaissances dans le domaine de la production de carbonate de calcium pharmaceutique et à encourager l'adoption de pratiques industrielles durables et responsables.

Le mémoire est structuré en deux parties : une partie bibliographique composée de trois chapitres, le premier traitant du carbonate de calcium, le deuxième de la purification du carbonate de calcium, et le dernier abordant le radeau. La seconde partie est pratique et comprend deux chapitres : le premier détaillant le matériel et la méthode, et le second présentant les résultats et la discussion.

Chapitre 1

CHAPITRE 1

LE CARBONATE DE CALCIUM

I. Généralité sur le carbonate de calcium

1) Définition

Le carbonate de calcium est un composé chimique de formule (CaCO_3), est l'un des matériaux les plus abondants présents dans la croûte terrestre et forme des types de roches comme le calcaire, la craie et le marbre. De plus, c'est le sédiment chimique le plus abondant dans les océans modernes et les plus anciens, constituant environ 10 % des sédiments. ^[2]

2) Description

Le carbonate de calcium se présente sous la forme d'une poudre ou cristaux blanc inodore et insipide. ^[3]

3) Structure chimique

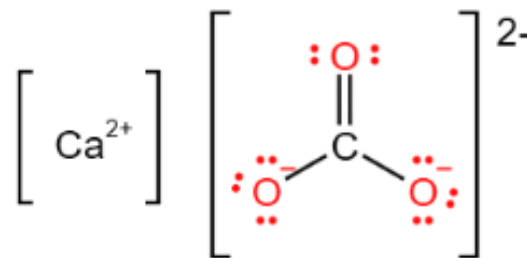


Figure 1.1 : représente la structure chimique du CaCO_3 .

4) Propriétés typiques, analyse élémentaire et masse moléculaire

- **Solubilité** : pratiquement insoluble dans l'éthanol (95 %) et l'eau. La solubilité dans l'eau est augmentée par la présence de sels d'ammonium ou dioxyde de carbone. La présence d'alcali les hydroxydes réduisent la solubilité. ^[3]

Tableau 1.1 : représente les propriétés typiques, les analyses élémentaires et la masse moléculaire du CaCO_3 . ^[3]

Acidité/alcalinité	pH = 9,0
Densité (en vrac)	0,8 g/cm ³
Densité (taraulée)	1,2 g/cm ³
Fluidité	Cohésive
Dureté	3,0 pour Millicarb
Point de fusion	Se décompose à 825°C
Indice de réfraction	1,59
Densité spécifique	2,7
Surface spécifique	6,21–6,47 m ² /g
Masse moléculaire	100,09 g/mol
Composition élémentaire	C (12%), Ca (40,04%), O (47,96%)

5) Etats naturel

A l'état naturel le carbonate de calcium se trouve sous forme de carbonatés, ces principales formes distinctes sont classées par ordre de stabilité décroissante en solution : la calcite, l'aragonite et la vatérite, le (CaCO_3) monohydrate, le (CaCO_3) hexa-hydraté et le (CaCO_3) amorphe.

La calcite est la forme la plus thermodynamiquement stable dans les conditions ambiantes. L'aragonite est plus soluble et plus dense que la calcite, elle forme généralement des cristaux orthorhombiques en forme d'aiguille et est favorisée à des températures et des pressions élevées. Elle est métastable et se transforme lentement en calcite. La vatérite est le polymorphe le moins stable thermodynamiquement, et ses cristaux hexagonaux sont rarement observés dans le minéral naturel. ^[4]

Les carbonates de calcium utilisés comme charge sont généralement obtenus par broyage de roches naturelles (par ordre de blancheur croissante : craies, calcaires et marbres).

5.1 Le calcaire

C'est un minéral naturel qui se compose principalement de plus de 95% de carbonate de calcium, mais peut également contenir du carbonate de magnésium comme composant secondaire. On le trouve sous de nombreuses formes et est classé en fonction de son origine, composition

chimique, de sa structure et de sa formation géologique. Le calcaire est largement répandu dans le monde entier. Il s'agit de la roche concassée la plus couramment utilisée. ^[5]

5.2 La craie

C'est une roche carbonatée sédimentaire de calcaire blanche marine à grain généralement très fin, tendre, marquante, poreuse, perméable et assez pure contenant presque exclusivement du carbonate de calcium (CaCO_3) composé principalement de calcite et un peu d'argile. ^[6]

5.3 Le marbre

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



Figure 1.2 : Les différentes roches de carbonate de calcium.

II. Carbonate de calcium en Algérie

Actuellement, des usines de production de carbonate de calcium sont opérationnelles à Mascara, tandis que d'autres sont en cours de construction, notamment à El Khroub (Constantine) et à Oum El Bouaghi, chacune ayant une capacité de production annuelle de 100 000 tonnes (El Watan, DJAZ NEWS).

En ce qui concerne les importations, en 2021, l'Algérie a importé environ 11,4 millions de kilogrammes de carbonate de calcium en poudre (WITS World Bank). Cependant les données spécifiques pour 2024 ne sont pas encore disponibles publiquement.

Les chiffres exacts de la capacité de production de carbonate de calcium en Algérie peuvent varier, mais il est clair que le pays possède une capacité significative, soutenue par des ressources naturelles abondantes et des initiatives de modernisation industrielle. Les développements continus dans ce secteur devraient permettre à l'Algérie d'augmenter sa production et de répondre à la demande croissante tant sur le marché local qu'éventuellement à l'exportation.

1- Principales régions d'extraction

Hodna : La région de Hodna, située dans les Aurès, détient les plus importantes réserves de carbonate de calcium en Algérie. On y trouve des gisements de calcaire de haute qualité, utilisés principalement pour la production de ciment.

Tébessa : La région de Tébessa, également dans les Aurès, abrite également d'importants gisements de carbonate de calcium. Le calcaire extrait dans cette région est utilisé pour la production de chaux, de plâtre et de carbonate de calcium précipité (PCC).

Autres régions : D'autres régions d'Algérie possèdent également des gisements de carbonate de calcium, notamment Constantine, Béjaïa, Skikda et El Bayadh.

2- Les étapes d'extraction de carbonate de calcium

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

1. Prospection et exploration

- ◆ Identification des zones potentielles contenant du carbonate de calcium.
- ◆ Réalisation de sondages et d'analyses pour déterminer la qualité et la quantité du gisement.

2. Exploitation

- ◆ Mines à ciel ouvert : La méthode la plus courante en Algérie, utilisée pour les gisements de surface.



Figure 1.3 : Les travaux de foration (El Madjen).

3. Broyage et concassage

- ◆ Réduction de la taille des blocs de calcaire en fragments plus petits.



Figure 1.4: Les échantillons Prélevés (El Madjen) après la foration.

Chapitre 2

CHAPITRE 2

LA PURIFICATION DE CARBONATE DE CALCIUM

I. La purification de carbonate de calcium

1- Le carbonate de calcium précipité

Dans le monde il existe deux sources de carbonate de calcium, à savoir le carbonate de calcium broyé (GCC) et le carbonate de calcium précipité (CCP). Le (GCC) est extrait de la terre et est broyé dans des conditions sèches ou humides en fonction des exigences du produit final. ^[6]

D'autre part le carbonate de calcium précipité (CCP), également connu sous le nom de carbonate de calcium purifié ou synthétique, peut être obtenu sous trois formes cristallines polymorphes principales : la calcite (rhomboédrique), l'aragonite (orthorhombique) et la vaterite (hexagonale) en fonction des conditions de réaction et des impuretés présentes dans le processus. ^[6]

La commercialisation du (CCP) a commencé depuis 1841, ce qui fait que de nombreuses études ont été menées sur la production de (CCP) à partir de différentes sources. Donc il existe différents types de morphologie et de taille de particules du (CCP), chacun possédant des propriétés différentes. Le (CCP) peut être commercialisé dans plusieurs qualités en faisant varier la taille des particules, la distribution granulométrique, la surface et la morphologie des particules. ^[6]

Comparé au (GCC), le (CCP) possède de meilleures propriétés physiques, notamment une luminosité, une opacité et une pureté élevée. Le (CCP) a une porosité interne et une surface spécifique plus élevée, ainsi qu'une très bonne performance d'absorption chimique et de liaison. Cependant, le (CCP) présente un degré élevé d'agrégation, plusieurs cristaux se développant ensemble pour former une seule particule. La distribution granulométrique est également plus uniforme qu'avec le (GCC), offrant une douceur et une faible abrasion. ^[6]

2- Caractéristiques et Limites d'acceptation du (CCP)

Les spécifications exigées pour le (CCP) sont très strictes, des traitements spécifiques sont mis en œuvre et de nombreux contrôles ont été effectués. Les contrôles figurant dans la monographie "Carbonate de Calcium" de la pharmacopée (USP-Décembre 2023) sont les suivants :

Tableau 2.1 : Les caractéristiques et Limites d'acceptation du (CCP).

Aspect	Poudre blanche ou sensiblement blanche
Solubilité	Pratiquement insoluble dans l'eau
Densité	1,9 g/cm ³
pH	9
Dosage de la substance desséchée	98,5% - 100,5%
Substance insoluble dans l'acide	NMT 0,2%
Chlorures	NMT 330 ppm
Sulfates	NMT 0,25%
Arsenic	NMT 4 ppm
Fer	NMT 200 ppm
Magnésium et Métaux alcalins	NMT 1,5%
Métaux lourds	NMT 20 ppm
Plombs	NMT 3 ppm
Mercure	0,5 ppm
Fluorure	50 ppm
Perte a la dessiccation	NMT 2%

NMT : Not more than (pas plus que).

3- Le procédé de purification du carbonate de calcium

Les étapes qui vont suivre sont cruciales pour l'obtention du carbonate de calcium précipité (CCP), pour cela nous avons examiné en détail de nombreuses sources et études faites sur la technique de purification, afin d'acquiescer un carbonate de calcium précipité (CCP) ayant une grande pureté chimique, une finesse accrue et une blancheur élevée. Ces données revêtent une importance capitale pour améliorer l'utilisation du (CCP) et pour concevoir de nouvelles formulations et technologies innovantes qui répondent aux demandes croissantes en matière de performances dans l'industrie pharmaceutique.

Le carbonate de calcium précipité est généralement produit dans les industries, par une méthode simple qui est la voie solide-liquide-gaz, représenté dans la figure suivante :

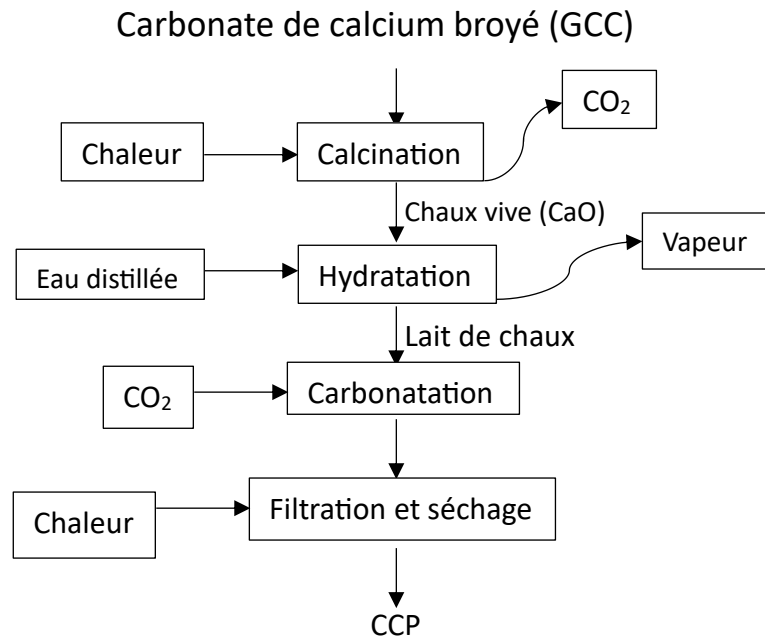


Figure 2.1 : Organigramme des processus de purification du CaCO_3 .

Cette méthode est principalement utilisée dans les industries en raison de sa simplicité de procédure, faible coût, rendement plus élevé et pureté plus élevée. ^[6]

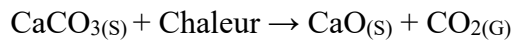
3-1. Calcination

Avant d'entamer la calcination, le minerai est d'abord extrait de la mine et broyé en morceaux plus petits, si nécessaire, pour faciliter le processus de calcination. Les impuretés indésirables, telles que les sulfures, les carbonates, les hydrates et d'autres composés, sont souvent présentes dans le minerai. ^[6]

Le terme "calcination" tire son origine du mot latin "calcinare", signifiant la combustion de la chaux. La calcination a été largement utilisée pour des traitements thermiques visant à transformer les phases, à éliminer l'eau des hydrates, le dioxyde de carbone des carbonates et d'autres gaz liés aux minerais ou au coke de pétrole, ainsi qu'à éliminer les impuretés des minéraux. ^[7]

Les réactions se produisent à des températures élevées pour répondre à la forte demande de chaleur car les réactions sont endothermiques. Ou la roche est calcinée à l'aide d'un four à des températures comprises entre 800°C et 1200°C pour produire de l'oxyde de calcium (CaO)

également appelé chaux vive, chaux brûlée ou chaux non éteinte et le dioxyde de carbone (CO₂). Comme indiqué dans l'équation ci-dessous : [6]



La calcination des particules de carbonate de calcium (CaCO₃) à des températures élevées est expliquée par le modèle du noyau rétrécissant. Lorsque le carbonate de calcium se décompose, il est nécessaire d'augmenter la température pour poursuivre la calcination. Sous l'effet de l'augmentation de la température, une couche d'oxyde (CaO) se forme, et la conductivité thermique de cette couche d'oxyde est inférieure à celle du carbonate de calcium, comme le montre la figure 1.3. [8]

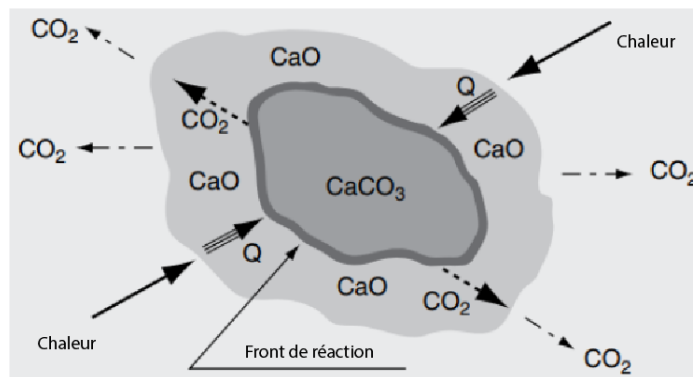


Figure 2.2 : Etapes de la calcination par le modèle du noyau.

Le processus de dissociation des particules de calcaire est divisé en cinq étapes, comme décrit ci-dessous : [9], [10]

- La chaleur est transférée de l'atmosphère environnante à la surface de la particule.
- La chaleur est ensuite transférée de la surface de la particule au front de réaction à travers une microstructure de la chaux (CaO).
- La chaleur arrivant au front de réaction entraîne la dissociation du carbonate de calcium (CaCO₃) en chaux (CaO) et en dioxyde de carbone (CO₂).
- Le dioxyde de carbone (CO₂) produit se déplace du front de réaction vers la surface des particules.
- Le dioxyde de carbone (CO₂) s'éloigne de la surface des particules vers l'atmosphère environnante.

3.1.1. Facteurs influencent la calcination du calcaire

+ Taille des particules

- La calcination des grosses particules est plus difficile car le CO₂ doit parcourir une plus grande distance pour s'échapper.
- La calcination commence à la surface et progresse vers l'intérieur de la particule.

+ Température de calcination

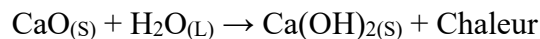
- La température optimale varie mais se situe généralement entre 800°C et 1200°C.
- La vitesse de chauffage, y compris le préchauffage, affecte la qualité de la chaux en augmentant la porosité du calcaire.

+ Temps de calcination

- Un temps suffisant est nécessaire pour que la chaleur se propage du noyau vers l'extérieur.

3.2. Hydratation ou extinction

Le terme "extinction" est souvent utilisé pour décrire la formation d'hydrates humides qui se fait par la réaction d'hydratation de la chaux vive, qui se produit par le traitement de la chaux vive avec de l'eau distillée, donnant ainsi la chaux éteinte, comme indiqué par l'équation suivante :



Lorsque la chaux vive entre en contact avec l'eau, elle absorbe rapidement l'humidité due à son hygroscopicité naturelle, déclenchant ainsi une réaction en chaîne. La chaleur est libérée lorsque l'eau pénètre les pores de la surface de la chaux vive, provoquant sa fracturation, son éclatement et sa désintégration en microparticules, sous forme de poussière cristalline ou de suspension colloïdale selon la quantité d'eau. Une partie de l'eau s'évapore pendant la réaction, tandis qu'une autre se combine avec la chaux pour former de l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂), appelé aussi « chaux hydraté » ou « chaux éteinte ». Le produit final de cette réaction exothermique est plus blanc que la chaux initiale et peut prendre différentes formes telles que le produit sec, le mastic, la boue, le lait de chaux ou la solution aqueuse saturée. [11]

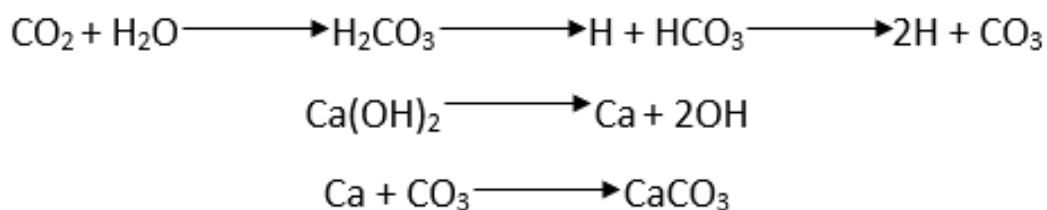
La chaux vive possède une grande affinité vis-à-vis de l'eau, qui provoque son extinction, c'est la raison pour laquelle il est nécessaire de maintenir les échantillons de chaux vive à l'abri de l'air ambiant, sous peine de voir la réactivité diminuer suite à une hydratation partielle et se dégrader au cours du temps. [11]

3.2.1. Facteurs influencent le processus d'hydratation

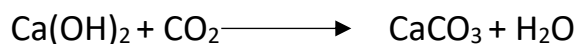
Plusieurs facteurs influencent l'extinction de la chaux vive, notamment la quantité d'eau ajoutée, la taille des particules, leur réactivité, la température de l'eau utilisée et le taux d'agitation pendant le processus d'extinction. Un excès ou une insuffisance d'eau peut retarder ou compromettre l'extinction, tandis que la réactivité et la taille des particules influencent la vitesse et la qualité de la réaction d'hydratation. La température de l'eau et le temps d'agitation jouent également un rôle crucial dans la nucléation et la croissance des cristaux d'hydroxyde de calcium. [11], [7]

3.3. Carbonatation

La carbonatation constitue l'étape finale du processus de production du (CCP), se caractérisant par une précipitation rapide du carbonate de calcium (CaCO_3) dans l'eau. Le mécanisme réactionnel général associé à la carbonatation peut être exprimé comme suit :



La réaction chimique globale est donnée par :



Le lait obtenu de la chaux est ensuite purifié et carbonaté avec le dioxyde de carbone (CO_2), Le gaz est généralement refroidi et rendu propre avant qu'il ne soit compressé et canalisé dans le réacteur de carbonatation, il bouillonne ensuite dans la bouillie et au fur et à mesure se dissout dans la phase aqueuse. [4]

Au cours de cette réaction de carbonatation, la boue d'hydroxyde de calcium subit une transformation continue, conduisant à la formation de particules de carbonate de calcium précipité.

Ce processus permet d'obtenir un produit final avec une grande pureté chimique, une finesse souhaitée et une blancheur élevée, répondant ainsi aux normes de qualité exigées par diverses applications industrielles.

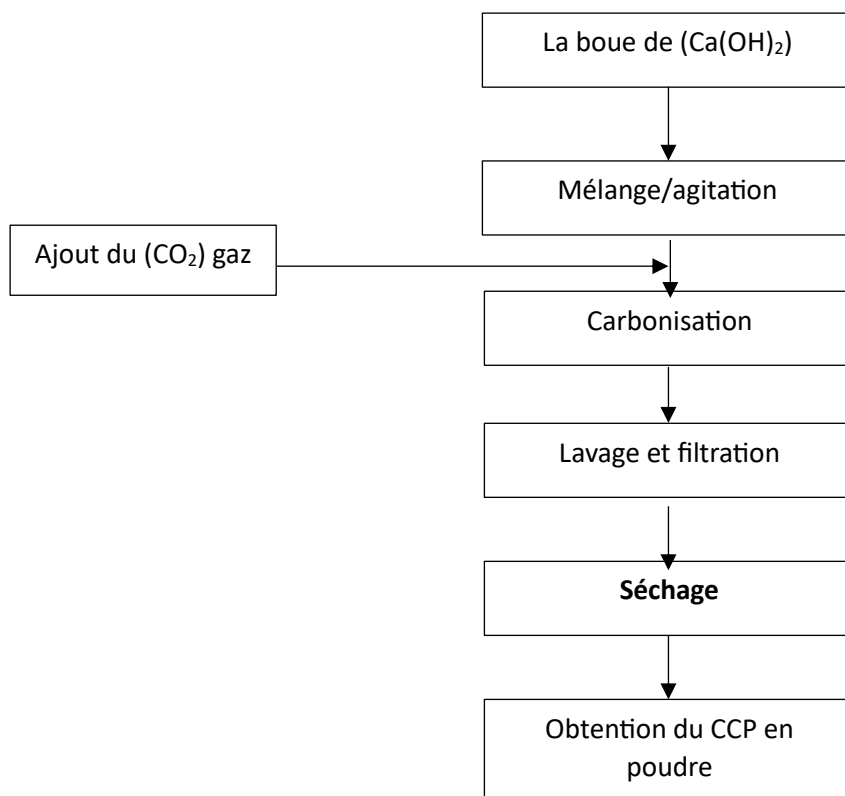


Figure 2.3 : Schéma donnant les principales étapes du procédé de carbonatation du carbonate de calcium (CaCO_3).

3.3.1. Facteurs influençant la carbonisation de la chaux éteinte (Ca(OH)_2)

- ❖ **Concentration de CO_2 :** Une concentration plus élevée de CO_2 accélère la carbonisation.
 - **La cause :** Plus le CO_2 est disponible les collisions avec les ions hydroxyles (OH^-) augmente, facilitant la réaction chimique.
- ❖ **Humidité :** La présence d'eau ou une humidité relative élevée accélère le processus.
 - **La cause :** L'eau dissout le CO_2 pour former de l'acide carbonique (H_2CO_3), qui réagit plus facilement avec la chaux éteinte Ca(OH)_2 , et maintient la surface réactive.
- ❖ **Température :** La température influence le taux de carbonisation.
 - **La cause :**
 - **Températures modérées (20 à 30°C) :** Favorisent la réaction en augmentant la vitesse de réaction sans trop évaporer l'eau.

- **Températures très basses** : Ralenti la réaction en réduisant la solubilité du CO_2 dans l'eau.
- **Températures très élevées** : Peut évaporer l'eau, réduisant l'humidité et ralentissant le processus.
- ❖ **pH de l'environnement** : Le pH peut influencer la disponibilité des ions nécessaires à la réaction.
 - **la cause** : Un pH élevé favorise la formation d'ions carbonate (CO_3^{2-}), facilitant la réaction avec les ions Ca^{2+} pour former du CaCO_3 .
- ❖ **Présence d'impuretés** : Les impuretés peuvent soit catalyser soit inhiber la carbonisation.
 - **La cause** : Certaines substances peuvent interférer avec les ions de calcium, formant d'autres composés ou modifiant le taux de réaction.

II. Domaine d'application

Le carbonate de calcium est un composé chimique largement sollicité dans de nombreux domaines et son utilisation varie en fonction de sa forme (précipité ou naturel), de sa granulométrie et de ses propriétés spécifiques dans chaque application. C'est un composé polyvalent qui apporte des avantages significatifs dans de nombreux secteurs différents. Voici quelques-uns des domaines d'utilisation courants où le carbonate de calcium est précieux : ^[12]

- Industrie cosmétique
- Industrie du papier
- Industrie de la peinture et des revêtements
- Industrie des plastiques
- Traitement de l'eau
- Agriculture
- Secteur environnemental ^[13]
- **Industrie pharmaceutique**

Le carbonate de calcium est généralement bien toléré par le corps humain, ce qui en fait un choix sûr pour les produits pharmaceutiques. Cependant, il peut entraîner des effets secondaires, notamment des troubles digestifs, s'il est pris en excès.

Il peut être utilisé comme excipient en raison de sa capacité à améliorer la fabrication, la stabilité et l'administration du médicament. Il est souvent choisi pour sa compatibilité avec de nombreux ingrédients actifs et sa sécurité d'utilisation, ce qui le rend un excipient précieux dans l'industrie pharmaceutique.

Nous allons donner quelques exemples sur le rôle que peut jouer le carbonate de calcium dans la fabrication des médicaments que vous pouvez trouver dans le tableau ci-dessous :

Tableau 2.2 : Donnant quelques exemples sur le rôle que peut apporter le (CaCO₃) en tant qu'excipient pour les formulations pharmaceutiques. ^[14]

Excipient	Rôle
Agent liant	Le (CaCO ₃) peut être utilisé pour agir en tant qu'agent liant, ce qui signifie qu'il aide à comprimer les ingrédients actifs et autres excipients en une forme solide, comme un comprimé. Il améliore la cohésion et la robustesse des comprimés, les rendant faciles à manipuler et à administrer.
Contrôle du pH	Le (CaCO ₃) peut être utilisé pour réguler le pH de la formulation pharmaceutique. Il peut aider à maintenir le pH à un niveau approprié pour la stabilité des ingrédients actifs et pour garantir que le médicament fonctionne comme prévu.
Stabilité	Dans certains cas, le (CaCO ₃) peut contribuer à la stabilité des ingrédients actifs en protégeant contre la dégradation due à l'humidité ou d'autres facteurs environnementaux.

Il peut servir de source donnant un effet thérapeutique dans certains médicaments, mais il est important de noter que le rôle du (CaCO₃) en tant que principe actif est limité dans l'industrie pharmaceutique par rapport à son utilisation en tant qu'excipient ou antiacide. Pour le traitement de maladies ou de conditions médicales spécifiques, d'autres principes actifs sont généralement utilisés tel que les exemples donnés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 2.3 : Donnant quelques exemples sur le rôle que peut apporter le (CaCO_3) en tant que principe-actif pour les formulations pharmaceutiques. ^[14]

Principe-actif	Rôle
Anti-acide	Le (CaCO_3) est couramment utilisé comme antiacides dans les produits pharmaceutiques. Il agit en neutralisant l'acide gastrique excessif dans l'estomac, soulageant ainsi les brûlures d'estomac et les troubles gastro-intestinaux. En tant qu'antiacide, il n'est pas le principe actif qui cible une maladie ou un état spécifique, mais il traite les symptômes liés à l'hyperacidité gastrique.
Agent tampon	Le (CaCO_3) peut être utilisé comme agent tampon pour maintenir le pH de la solution ou de la formulation à un niveau stable. Cela peut contribuer à la stabilité des médicaments dans certaines situations.
Complément en calcium	Bien que le (CaCO_3) ne soit pas utilisé pour traiter une condition médicale, il peut être utilisé dans des produits pharmaceutiques sous forme de complément en calcium. Dans ce cas, il fournit du calcium, un nutriment essentiel, pour traiter ou prévenir les carences en calcium. Cela peut être utile dans le cadre de traitements pour l'ostéoporose, par exemple.

Chapitre 3

CHAPITRE 3

LES SUSPENSIONS PHARMACEUTIQUES

I. La suspension

1. Définition de la suspension

D'après la pharmacopée : « Les suspensions sont des préparations généralement liquides constituées par un ou plusieurs solides dispersés sous forme de fines particules dans un milieu de dispersion encore appelé phase dispersante ou externe ou continue ». ^[15]

Une suspension pharmaceutique est une forme posologique liquide d'un médicament dans laquelle les particules solides du médicament sont dispersées dans un liquide. Elle est généralement administrée par voie orale. Les suspensions pharmaceutiques sont utilisées lorsque le médicament ne peut pas être administré sous forme de comprimés ou de capsules, souvent en raison de sa faible solubilité dans l'eau ou de difficultés liées à la déglutition. ^[16]

2. Les types de la suspension

Les types de suspension peuvent être classés en fonction de différents critères, notamment leur formulation, leur mode d'administration et leur usage spécifique. Voici quelques-uns des types courants de suspensions :

- * Suspension aqueuse : Dans ce type de suspension, les particules solides du médicament sont dispersées dans un milieu aqueux, tel que de l'eau ou une solution aqueuse. Elles sont souvent utilisées pour les médicaments destinés à être administrés par voie orale ou topique. ^{[17], [18]}
- * Suspension non aqueuse : Contrairement aux suspensions aqueuses, ces suspensions utilisent un milieu non aqueux pour disperser les particules solides du médicament. Elles peuvent inclure des huiles ou des solvants organiques comme véhicules dispersants. ^[19]
- * Suspension à libération prolongée : Ces suspensions sont formulées pour libérer lentement le médicament dans le corps sur une période de temps prolongée, offrant ainsi un effet

thérapeutique continu. Elles sont souvent utilisées pour les médicaments nécessitant une libération contrôlée. [20]

* Suspension buvable

3. La suspension buvable

Les suspensions buvables sont des préparations pharmaceutiques contenant des particules solides dispersées dans un liquide, destinées à être ingérées par voie orale. Elles sont souvent utilisées pour administrer des médicaments aux patients, notamment lorsque la forme solide du médicament est difficile à avaler ou à absorber. Les particules solides dans les suspensions buvables peuvent être des médicaments, des minéraux ou d'autres composés actifs, dispersées dans un liquide tel que de l'eau, du sirop ou une solution aromatisée. Ces formulations permettent une administration précise de la dose et peuvent être adaptées aux besoins spécifiques du patient, comme les enfants ou les personnes âgées. [21]

4. Composition et fabrication de la solution buvable

La suspension buvable anti-reflux est une forme liquide de médicament utilisée pour traiter le reflux gastro-œsophagien. Elle contient des principes actifs tels que l'alginate de sodium, le bicarbonate de sodium et le carbonate de calcium.

Cette suspension est administrée par voie orale et doit être agitée avant usage. Elle est adaptée à différents groupes d'âge, y compris les nourrissons et les enfants.

Son utilisation est généralement recommandée après les repas et peut être doublée en cas de reflux important. [22]

5. Avantages et inconvénients de la suspension buvable

◆ Avantages de la suspension buvable

* Facilité d'administration : Les suspensions buvables sont faciles à administrer, en particulier pour les enfants et les personnes ayant des difficultés à avaler des comprimés ou des capsules.

* Meilleure absorption : Les médicaments sous forme de suspension peuvent être absorbés plus rapidement et plus complètement que les comprimés ou les capsules, car les particules solides sont déjà dispersées dans le liquide.

* Dosage précis : Les suspensions buvables permettent un dosage précis du médicament, ce qui est important pour les patients qui ont besoin de doses spécifiques. [25]

◆ **Inconvénients de la suspension buvable**

* Séparation des particules : Les particules solides peuvent se séparer du liquide au fil du temps, ce qui peut entraîner une dose imprécise du médicament. Il est important de bien agiter la suspension avant chaque utilisation.

* Coût élevé : Les suspensions buvables peuvent être plus coûteuses que les solutions orales ou les comprimés, en raison du processus de fabrication plus complexe. ^[26]

Etat de l'art

II. LES TRAVAUX REUSSIS

Le 9 mars 2017 : Onimisi et all, de l'école d'ingénierie des matériaux et des ressources minérales de l'Université Sains Malaysia, ont étudié la synthèse du carbonate de calcium précipité (CCP) et son importance dans les industries du papier, de la peinture, des adhésifs/mastics et des plastiques. L'article discute des effets des additifs organiques et inorganiques sur la formation des différents polymorphes du carbonate de calcium.

Ils ont trouvé que le CCP peut être synthétisé de manière optimale via la méthode solide-liquide ou solide-liquide-gaz. Cette méthode comprend des étapes clés telles que la calcination à haute température, la transformation de la chaux vive en hydroxyde de calcium, et la carbonatation avec du CO₂. L'article conclut que la méthode solide-liquide-gaz est efficace, économique et rapide, produisant un carbonate de calcium précipité de haute pureté avec des morphologies de particules contrôlées. [25]

En 2017 : Chilakala Ramakrishna et all, de l'équipe R&D de Hanil Cement Corporation en Corée, offre un aperçu exclusif des méthodes de synthèse du carbonate de calcium précipité aragonite (CCP) et de ses applications dans divers domaines.

L'article se concentre sur l'évolution des méthodes de synthèse de l'aragonite CCP, les mécanismes de croissance cristalline et la cinétique de carbonatation. L'objectif principal est de mettre en avant les propriétés et les applications de l'aragonite CCP dans les industries du papier et du plastique. L'article se concentre sur l'évolution des méthodes de synthèse de l'aragonite CCP, les mécanismes de croissance cristalline et la cinétique de carbonatation, tel que la carbonatation qui fait réagir une suspension d'hydroxyde de calcium dans du CO₂ pour former du carbonate de calcium, le processus de solution qui implique la réaction entre des solutions de CaCl₂ et Na₂CO₃ pour former du carbonate de calcium et bien d'autres méthodes.

Ces différentes méthodes ont été utilisées pour synthétiser l'aragonite PCC et ont été étudiées pour comprendre les mécanismes de croissance des cristaux et les cinétiques de carbonatation. [26]

Le 9 février 2016 : Necmettin Erdogan et all, de l'Université d'Aksaray en Turquie, ont étudié la production de carbonate de calcium précipité (CCP) à partir de poudre de marbre résiduelle en utilisant la méthode de calcination-hydratation-précipitation (CHP). Pour optimiser leurs processus ils ont varié la température de calcination, le temps de dissolution et le temps de précipitation. Ils ont trouvé que Les cristaux de CCP étaient principalement rhomboédriques et micrométriques, avec une pureté de 54,5% en CaO. Les tests ont montré une blancheur de 91,28%,

une luminosité de 98,2% et une jaunisse de 1,99%, répondant aux normes turques pour l'industrie du papier. Comparé aux calcites commerciales, le CCP présente des avantages en luminosité, mais des inconvénients en termes de blancheur et de jaunisse.^[6]

Chapitre 4

CHAPITRE 4

MATERIEL ET METHODE

1) Objectifs

Ce travail a été réalisé aux laboratoires de Génie Chimique du département de Génie des procédés et au niveau des laboratoires de recherche de la faculté de Technologie (l'université de Blida 1).

Dans ce chapitre, nous présenterons le matériel, les équipements, les matières premières et les protocoles expérimentaux utilisés dans les différentes étapes du projet et les méthodes de caractérisations.

L'objectif principal de ce travail est :

- D'obtenir un carbonate de calcium précipité.
- Les méthodes de caractérisation de notre produit
- Formuler une suspension gastrique à base de notre carbonate de calcium précipité

2) Calcination

◆ Matériel

Les appareils utilisés dans cette expérience sont :

- **Le four a moufle « Nabertherm, more than heat 30-3000°C »**

Est utilisé dans les laboratoires, pour les traitements thermiques sur les métaux, céramiques, verres, l'incinération et les processus de revenu de brasage, de soudure, de fusion, de frittage... à haute température. Les températures des fours à moufle sont généralement comprises entre 30 et 3000 °C.

- **Balance analytique « KERN Als 220-4N »**

La balance analytique KERN ALS 220-4N est un instrument de mesure de haute précision conçu pour les applications scientifiques et industrielles. Elle offre une capacité de pesage de 220

g avec une lisibilité de 0,0001 g, ce qui la rend idéale pour les tâches nécessitant une grande précision.

◆ **Méthode**

Nous avons pesé 5 échantillons d'ALCAL F15 et 5 échantillons d'ALCAL 200, en maintenant une masse constante de 20 g pour chaque échantillon. La figure suivante illustre les résultats de la pesée.

Tout d'abord, nous allons peser les creusets vides. Ensuite, nous allons transférer les premiers échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 dans les creusets. Enfin, nous allons peser les creusets avec les échantillons.

Les poudres ont été mis dans des creusets en porcelaine puis introduits dans la chambre de chauffage du four à moufle.



Figure 4.1 : Représentant les creusets introduits dans la chambre à chauffage.

Pour réaliser la calcination, nous avons choisi un palier de chauffe de 100 °C/min. Ainsi, pour atteindre la température de calcination de 800 °C, il faudra 8 minutes de chauffage.

A la fin de la calcination, les creusets sont retirés du four après refroidissement

3) Hydratation

◆ **Matériel**

Les appareils utilisés dans cette expérience sont :

Tableau 4.1 : Les appareils utilisés pour l'hydratation.

Les appareils	Description
<p>Balance analytique « KERN Als 220-4N »</p>	<p>La balance analytique KERN ALS 220-4N est un instrument de mesure de haute précision conçu pour les applications scientifiques et industrielles. Elle offre une capacité de pesage de 220 g avec une lisibilité de 0,0001 g, ce qui la rend idéale pour les tâches nécessitant une grande précision.</p>

Les appareils	Descriptions
<p>Plaque chauffante « HP550-S »</p>	<p>La plaque chauffante HP550-S est une plaque chauffante de laboratoire de haute qualité conçue pour une utilisation intensive dans les applications de chauffage et d'ébullition. Elle est idéale pour les laboratoires de chimie, de biologie et de physique.</p>
<p>Etuve « Memmert 14 L modèle UNB 100 »</p>	<p>L'étuve Memmert UNB 100 est un appareil de laboratoire polyvalent conçu pour une large gamme d'applications, notamment le séchage, le traitement thermique et les tests de matériaux. Elle est dotée d'une chambre en acier inoxydable de 14 litres et d'une plage de température de 30°C à 300°C. L'étuve UNB 100 est également dotée d'un contrôleur numérique précis et d'une variété de fonctionnalités qui en font un choix idéal pour une utilisation en laboratoire.</p>
<p>Agitateur « DUVB MS-PA »</p>	<p>L'agitateur magnétique DUVB MS-PA est un appareil de laboratoire compact et polyvalent conçu pour mélanger des liquides ou des solutions. Il est doté d'un moteur puissant et d'une large plage de vitesses, ce qui le rend adapté à une variété de tâches d'agitation.</p> <p>Caractéristiques principales :</p> <p><u>Plage de vitesses</u> : 100-1500 tr/min</p> <p><u>Volume d'agitation maximal</u> : 2L</p> <p><u>Couplage magnétique</u> : Assure un fonctionnement silencieux et fluide.</p> <p><u>Conception compacte</u> : Permet d'économiser de l'espace sur la paillasse.</p>
<p>pH-mètre « HI 22091-01-HANNA »</p>	<p>Le HI 22091-01-HANNA est un pH-mètre portable précis et fiable, conçu pour les mesures de pH dans le domaine de l'agriculture. Il est idéal pour les analyses de sols, d'engrais, d'eau d'irrigation et de solutions nutritives.</p>
<p>Pompe à vide à membrane « 230 VAC/PHYWE »</p>	<p>La pompe à vide à membrane 230 VAC/PHYWE est une pompe à vide compacte et silencieuse conçue pour une utilisation dans les laboratoires et les ateliers. Elle est idéale pour les applications nécessitant un vide propre et sec, telles que la filtration, la distillation et le séchage.</p>

◆ Méthode

Pour préparer la chaux éteinte, on commence par peser la quantité désirée de chaux vive. On calcule ensuite la quantité d'eau distillée nécessaire en fonction du rapport souhaité et on chauffe. On incorpore progressivement la chaux vive à l'eau, tout en mélangeant constamment à l'aide d'un agitateur magnétique comme illustré sur la figure ci-dessous :

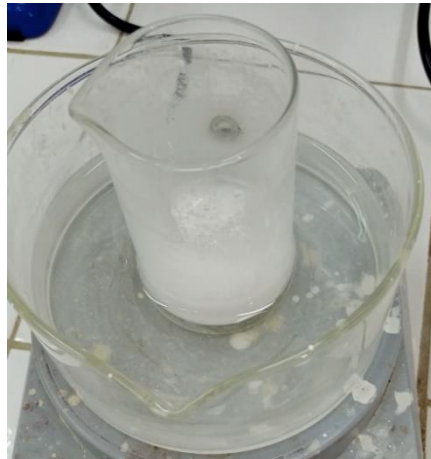


Figure 4.2 : La suspension chaux vive/eau sous l'agitation.

On mesure le pH de la suspension à l'aide d'un pH-mètre. On filtre ensuite la suspension à l'aide d'un entonnoir Büchner, d'un papier filtre et d'une pompe à vide à membrane.

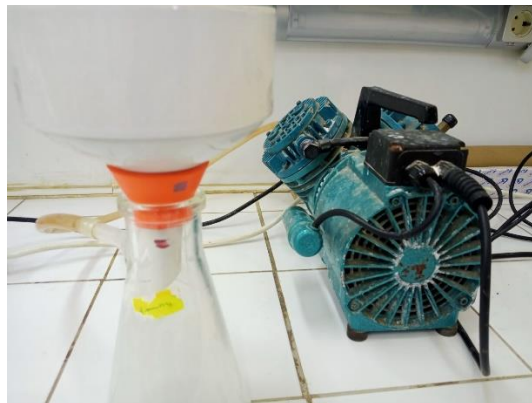


Figure 4.3 : La pompe à vide à membrane utilisé pour la filtration.

Cette opération permettra de séparer l'hydroxyde de calcium hydraté (chaux éteinte) de l'excès d'eau.

Séchez l'hydroxyde de calcium filtré dans une étuve à 105°C jusqu'à ce qu'il atteigne un poids constant (temps de séchage environ 24 heures). Enfin, broyez l'hydroxyde de calcium séché pour obtenir une poudre fine.

Remarques :

- Il est important d'utiliser de l'eau distillée pour éviter toute contamination de la chaux éteinte.
- Le rapport chaux vive/eau peut varier en fonction de l'application finale.
- Le pH de la suspension doit être compris entre 12 et 13.
- Le séchage de l'hydroxyde de calcium est important pour éviter qu'il ne se rehydrate à l'air.

4) Carbonatation**◆ Matériel**

Les deux appareils essentiels dans cette expérience sont :

- Manomètre
- Débitmètre « PG 08/2 1/H Luft 15°C 101.325 KPa »
- Balance analytique « KERN Als 220-4N »
- pH-mètre HI 22091-01-HANNA »
- Agitateur DUVB MS-PA »
- Pompe à vide à membrane 230 VAC/PHYWE
- Etuve « Memmert 14 L modèle UNB 100 »

◆ Méthode

Pour fabriquer du PCC, on commence par peser la chaux éteinte. On calcule ensuite la quantité d'eau distillée nécessaire en fonction du rapport souhaité et on le chauffe. On mélange la chaux éteinte à l'eau chaude en utilisant un agitateur magnétique. On injecte ensuite du CO₂ dans la suspension tout en contrôlant le pH avec un pH-mètre.



Figure 4.4 : Représente l'agitation de la suspension pendant l'injection de CO₂.

On maintient le pH à 9 pour une précipitation optimale. La quantité de CO₂ utilisée peut être déterminée à l'aide du manomètre et du débitmètre. On filtre la suspension à l'aide d'un entonnoir Büchner et d'un papier filtre pour séparer le PCC de l'excès d'eau. On sèche le PCC dans

une étuve à 105°C jusqu'à ce qu'il atteigne un poids constant. Enfin, on broie le PCC séché pour obtenir une poudre fine.

Ce processus simple permet de préparer du PCC de haute qualité pour diverses applications, notamment les produits pharmaceutiques.

5) Les analyses de carbonate de calcium précipité

◆ Matériel

Les appareils utilisés dans cette expérience sont :

- La spectroscopie de fluorescence X « jasco FP-8x50 »

Est une technique d'analyse puissante utilisée pour étudier les propriétés optiques des matériaux. Elle permet d'identifier et de quantifier les éléments présents dans un échantillon en analysant la lumière qu'il émet après avoir été excité par une source de lumière.

- Diffraction de rayons X « Rigaku »

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse puissante qui utilise des rayons X pour étudier la structure cristalline des matériaux.

6) Formulation des suspensions pharmaceutiques

◆ Matériel

Les mêmes équipements utilisés dans la première étape ont servis pour cette deuxième partie du travail.

◆ Méthode

Pour préparer une suspension de carbonate de calcium, dissoudre d'abord peser 2,67 g de bicarbonate de sodium dans 50 ml d'eau distillée. Ajouter progressivement 5 g d'alginate de sodium à la solution de bicarbonate de sodium tout en agitant avec un agitateur magnétique. Ajouter ensuite 0,7 g de carbonate de calcium à la solution d'alginate de sodium et mélanger vigoureusement.

Dans un autre bécher, introduire 40 ml d'eau distillée et ajouter progressivement le carbopol 974P à l'eau distillée tout en agitant jusqu'à ce que le carbopol se disperse bien et forme un gel homogène. Noter le pH du gel de carbopol (pH = 3) et neutraliser le gel de carbopol avec du NaOH 10% et agiter jusqu'à épaississement.

Verser progressivement la dispersion de la phase 1 (carbonate de calcium) dans la phase 2 (gel de carbopol) et mélanger avec un homogénéisateur à vitesse moyenne. Ajuster le volume de la suspension à 100 ml avec de l'eau distillée et continuer à mélanger pendant quelques minutes.

7) Caractérisation du radeau

◆ Matériel

Les appareils utilisés dans cette expérience sont :

- Rhéomètre « ANTON PAAR modular compact rhéomètre MCR 302 »

Un rhéomètre est un instrument de laboratoire utilisé pour mesurer les propriétés rhéologiques des fluides. La rhéologie est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière, et un rhéomètre permet de quantifier la résistance d'un fluide à l'écoulement.

- Microscope « EIDA DM500 »

Un microscope est un instrument scientifique qui permet d'observer des objets trop petits pour être vus à l'œil nu. Il fonctionne en agrandissant l'image d'un objet à l'aide de lentilles ou de miroirs. La plupart des microscopes peuvent agrandir des objets jusqu'à 1000 fois ou plus, certains modèles atteignant des grossissements encore plus importants.

Chapitre 5

CHAPITRE 5

DISCUSSIONS ET RESULTATS

1) La matière première

Le calcaire, une roche sédimentaire composée principalement de carbonate de calcium, est la matière première idéale pour la production de carbonate de calcium précipité (PCC) de grade pharmaceutique.

Cette matière première est obtenue après extraction, sécher à l'étuve à $110^{\circ}\text{C} \pm 5$, puis stockée dans des sachets en papier.



Figure 5.1 : Les échantillons de carbonate de calcium.

Pour cela nous avons de taille différente de carbonate de calcium de la poudre ALCAL F15 et ALCAL 200.

1- ALCAL F15

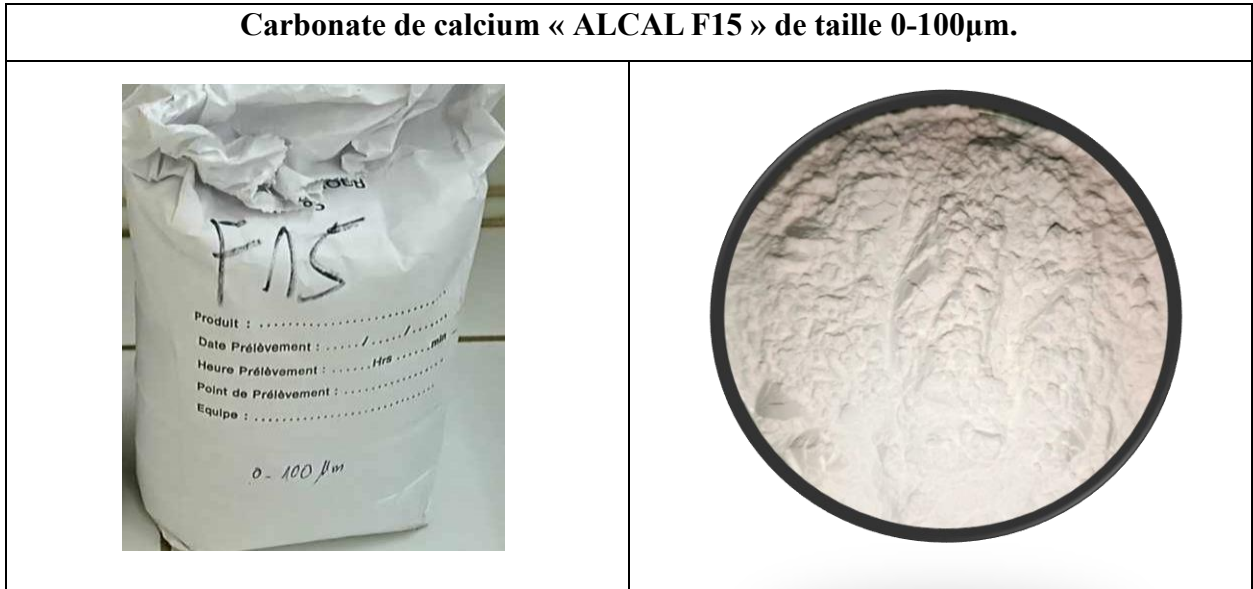


Figure 5.2 : Représente le carbonate de calcium « ALCAL F15 ».

La caractérisation du carbonate de calcium pour ALCAL F 15 selon la fiche technique d'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 5.3 : Représente les caractérisations chimique et physique de la poudre d'ALCAL F15.

L'analyse granulométrique de l'échantillon est donnée sur la figure ci-après :

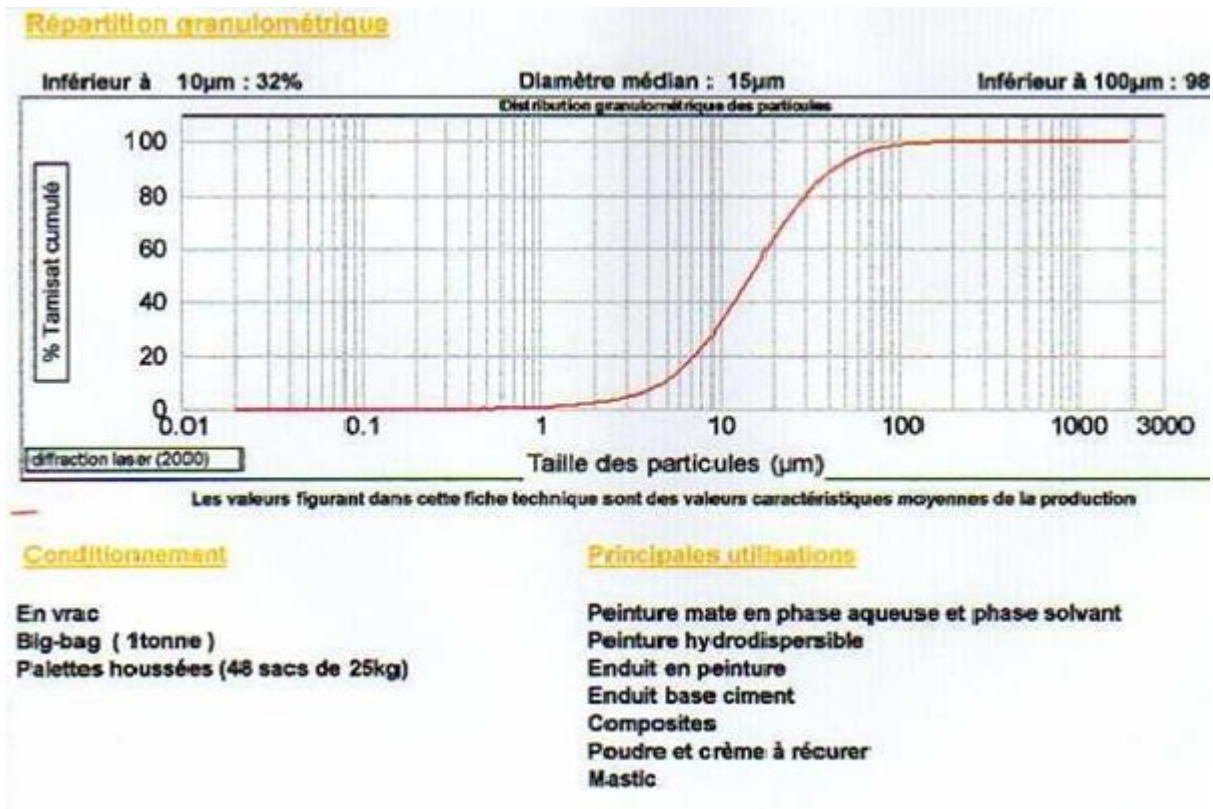


Figure 5.4 : Représente l'analyse granulométrique de la poudre d'ALCAL F15.

2- ALCAL 200

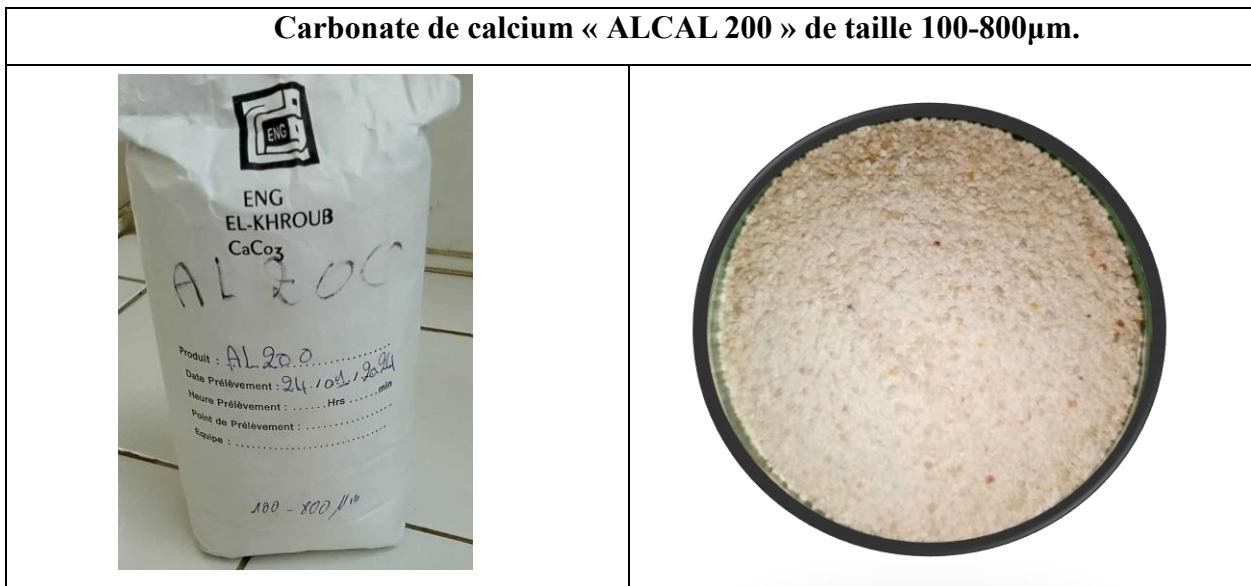


Figure 5.5 : Représente le carbonate de calcium « ALCAL 200 ».

La caractérisation du carbonate de calcium pour ALCAL F 200 selon la fiche technique d'entreprise ENG :

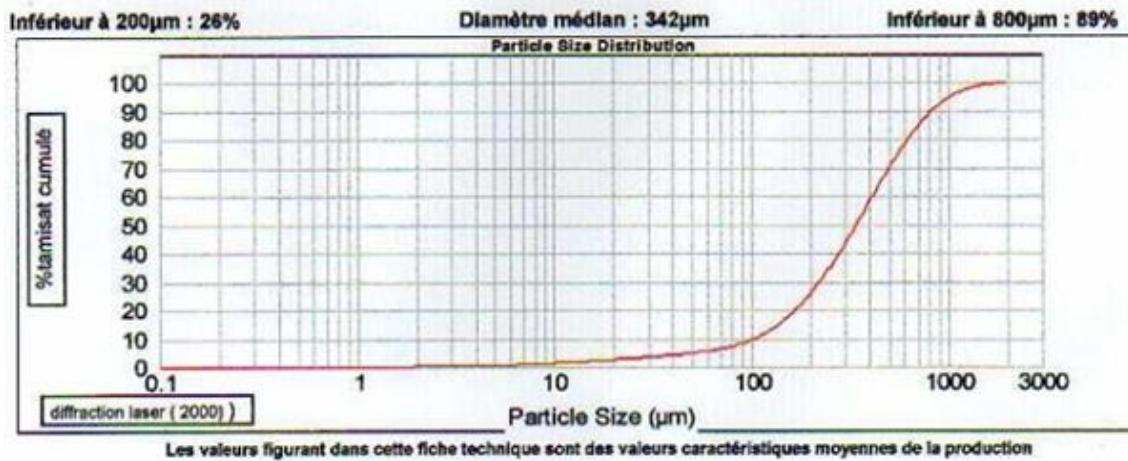
La caractérisation du carbonate de calcium pour ALCAL F 200 selon la fiche technique de l'entreprise

<u>Caractéristiques chimiques</u>		<u>Caractéristiques physiques</u>	
CaCO ₃	98%	Dureté (MOHS) :	3
CaO	55,15%	Poids spécifique :	2,7
SiO ₂	0,01%	Densité apparente non tassée :	1,50 gr/cm ³
Na ₂ O	0,07%	Indice de réfraction :	1,71
MgO	0,59%	Blancheur (CR 310 MINOLTA) :	L : 85.82
Al ₂ O ₃	0,05%		
Fe ₂ O ₃	0,02%		
Perte au feu	43%		
Ph	9		
Cyanure	0,045 µg / gr		
Mercurure	0,35 µg / gr		
Arsenic	0,08 µg / gr		
Fluor	0,02mg / gr		
Chlorure	0,001mg / gr		

Figure 5.6 : Représente les caractérisations chimique et physique de la poudre d'ALCAL 200.

La granulométrie est donnée ci-après :

Répartition granulométrique



Conditionnement

VRAC
Big Bag (1 tonne)

Principales utilisations

Industrie du verre
Alimentation (bétail)
Crépiçage

Figure 5.7 : Représente la fiche technique du CaCO₃ ALCAL 200.

3- L'analyse de Diffraction de rayons X

La figure 5.8, montre un graphique représentant l'intensité des rayons X en fonction de l'angle de diffraction (2θ) des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200

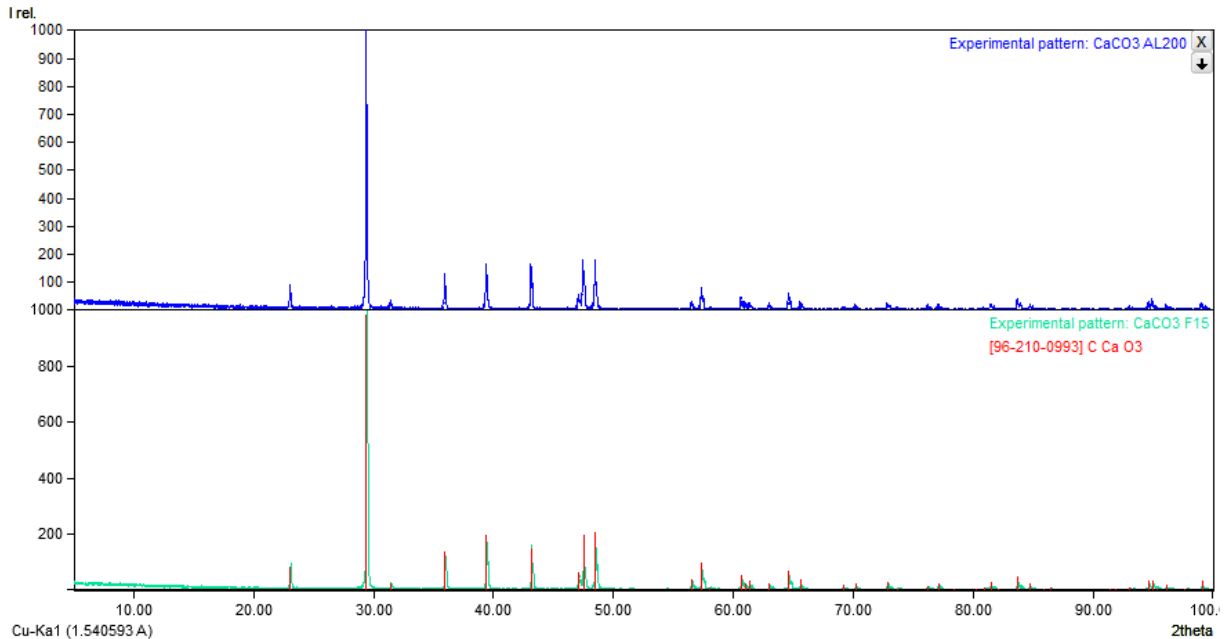


Figure 5.8: Graphe de diagramme de diffraction des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 (CaCO_3).

Les pics apparaissent à des angles spécifiques correspondant aux plans atomiques dans la structure cristalline de la calcite. Les pics caractéristiques de la calcite apparaissent typiquement aux angles suivants (2θ) : (104) à 29.4° , (110) à 36.0° , (113) à 39.4° , (202) à 43.2° , (018) à 47.5° , et (116) à 48.5° .

On constate une bonne concordance entre les positions des pics observés et les valeurs théoriques de la calcite, ce qui confirme que nos échantillons correspondent à la phase cristalline de la calcite. Les intensités des pics correspondent aux intensités relatives attendues pour la calcite, bien que quelques écarts indiquent la présence d'impuretés. Malgré cela, l'absence de pics supplémentaires significatifs suggère que l'échantillon est majoritairement composé de calcite.

Cette observation est cruciale car elle permet de valider la pureté et l'identité minéralogique de nos échantillons. Les écarts observés, bien que minimes, peuvent fournir des informations supplémentaires sur la nature et la concentration des impuretés présentes. Par exemple, des déviations dans l'intensité des pics peuvent indiquer la présence de traces d'autres minéraux ou des défauts dans la structure cristalline de la calcite. Toutefois, l'absence de pics supplémentaires importants suggère que ces impuretés ne sont pas suffisamment abondantes pour former des phases distinctes et détectables par notre analyse.

En résumé, les résultats obtenus confirment la présence dominante de la phase cristalline de la calcite dans nos échantillons, avec une pureté globalement élevée malgré la présence de quelques impuretés mineures.

3.1- Composition élémentaire

La figure suivante nous donne le pourcentage du poids des éléments composants les échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200.

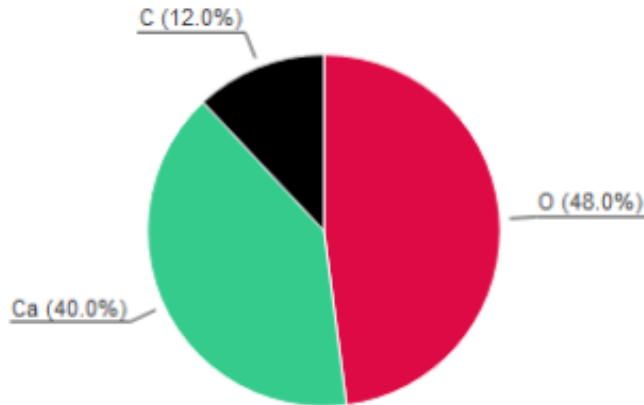


Figure 5.9 : Composition élémentaire en $(CaCO_3)$.

3.2- Détaille d'identification

L'identification de l'analyse de DRX est détaillée dans le tableau suivant :

Tableau 5.1: Représente les détails d'identification de l'analyse DRX des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 $(CaCO_3)$.

Teneur	0,957746
Densité	2,707 g/cm ³
Système cristallin	R – 3 c trigonale (axe hexagonale)
Taille des cristallites	a= 4,9920 Å, c= 17,0690 Å
Pourcentage de la forme amorphe	46,97 %
Pourcentage de la forme cristalline	53,03 %

4- La spectroscopie de fluorescence X

L'analyse par fluorescence des rayons X (XRF) est une technique analytique non destructive utilisée pour déterminer la composition élémentaire de divers matériaux. Elle repose sur le principe que lorsque des matériaux sont exposés à des rayons X de haute énergie, ils émettent des rayons X secondaires (fluorescents) caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon. Lorsqu'elle

est appliquée au carbonate de calcium (CaCO₃), elle peut fournir des informations précieuses sur la pureté du composé, ainsi que sur la présence d'impuretés, comme le montre le tableau ci-dessous.

Tableau 5.2 : Les résultats de l'Analyse par Fluorescence des Rayons X (XRF) du Carbonate de Calcium (CaCO₃).

Eléments	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca
Unité	0,0 (ppm)	0,0 (ppm)	306,4 (ppm)	410,9 (ppm)	999,7 (ppm)	0,0 (ppm)	143,9 (ppm)	37,9 (ppm)	99,755 (%)

Eléments	Ti	V	Mn	Fe	Cu	Sr	Zr	Sm	Ta
Unité	80,7 (ppm)	25,8 (ppm)	13,5 (ppm)	102,7 (ppm)	23,1 (ppm)	282,5 (ppm)	5,2 (ppm)	0,0 (ppm)	18,3 (ppm)

D'après ces résultats on remarque que le calcium (Ca) est l'élément majeur attendu dans le carbonate de calcium. Les autres éléments indiquent la présence d'impuretés telles que :

- Le silicium qui peut indiquer la contamination par des silicates ou des grains de sable.
- Le fer peut indiquer des impuretés minérales comme des oxydes de fer ou des minéraux argileux contenant du fer.
- Le strontium peut être dû à la substitution iso-morphique de calcium dans le réseau cristallin du carbonate de calcium.
- L'aluminium peut signaler des impuretés argileuses ou des feldspaths.
- Le manganèse peut indiquer des impuretés minérales ou des processus géochimiques spécifiques, tels que la rhodochrosite (MnCO₃) ou incorporation dans la calcite.
- Le phosphore peut indiquer une contamination biologique ou des minéraux phosphatés. Apatite (Ca₅(PO₄)₃(OH,Cl,F)) ou matière organique.

2) Calcination

1. La 1^{ère} optimisation de température

La calcination est un processus chimique qui consiste à chauffer un matériau afin de le décomposer en ses composants. Dans le cas du carbonate de calcium, la calcination produit de l'oxyde de calcium (chaux) et du dioxyde de carbone.

Le tableau 5.3 représente les résultats de la calcination du carbonate de calcium (CaCO₃) pour l'échantillon ALCAL F15 à différentes températures, avec un temps de palier constant de 30 minutes. L'objectif de ces essais est de déterminer la température optimale de calcination pour cet échantillon dans ce laps de temps, permettant d'obtenir un rendement en CaO acceptable tout en limitant la perte au feu due à la décomposition excessive.

Tableau 5.3 : Représente la 1^{ère} optimisation de température (ALCAL F15).

Les essais	1	2	3	4	5	6	7
Température (°C)	800	850	900	950	1000	1050	1100
Temps de palier (min)	30	30	30	30	30	30	30
Masse de poudre (g)	20	20	20	20	20	20	20
Masse de Cao (g)	18,768	17,654	15,147	13,324	11,562	11,364	11,552
Pourcentage de Cao (%)	93,828	88,289	75,791	66,619	57,989	56,656	57,718
Masse de perte au feu (g)	1,235	2,342	4,838	6,676	8,376	8,694	8,463
Pourcentage de perte au feu (%)	6,172	11,711	24,209	33,381	42,011	43,344	42,282

Le tableau 5.4, expose les résultats obtenus lors de la calcination du carbonate de calcium (CaCO₃) pour l'échantillon ALCAL 200, menée à différentes températures et avec un temps de maintien constant de 30 minutes. L'objectif de ces expériences est de déterminer la température idéale de calcination pour l'échantillon ALCAL 200, en 30 minutes, afin d'optimiser le rendement en CaO tout en limitant les pertes causées par une décomposition excessive.

Tableau 5.4 : Représente la 1^{ère} optimisation de température (ALCAL 200).

Les essais	1	2	3	4	5	6	7
Température (°C)	800	850	900	950	1000	1050	1100
Temps de palier (min)	30	30	30	30	30	30	30
Masse de poudre (g)	20	20	20	20	20	20	20
Masse de Cao (g)	17,323	17,408	15,082	13,269	11,419	11,293	11,069
Pourcentage de Cao (%)	86,610	86,959	75,408	66,529	57,275	56,434	55,278
Masse de perte au feu (g)	2,678	2,610	4,919	6,676	8,519	8,918	8,955
Pourcentage de perte au feu (%)	13,390	13,041	24,592	33,471	42,725	43,566	44,722

Les résultats montrent que pour les deux échantillons, la masse de CaO obtenue diminue avec l'augmentation de la température jusqu'à 1050°C, puis augmente légèrement à 1100°C. Cela pourrait être dû à une sur-cuisson du CaCO₃ à des températures plus élevées, rendant la décomposition plus difficile.

D'après la figure 5.10, présentant le graphique du pourcentage de CaO, la température optimale pour la calcination des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 en 30 minutes semble être de 1050°C.

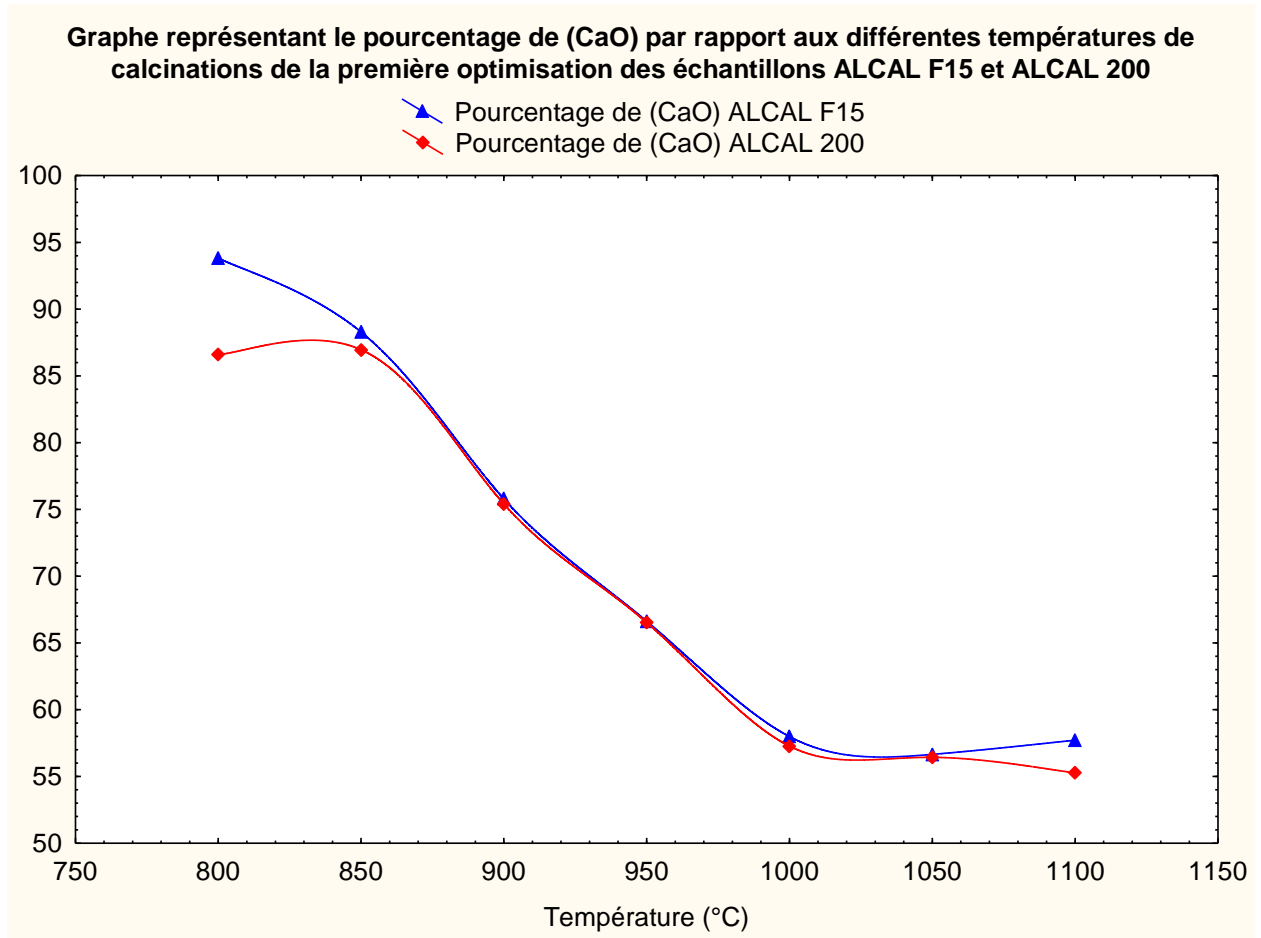


Figure 5.10 : Représente le graphique du pourcentage de CaO des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 en fonction du temps.

L'analyse des tableaux 5.3, 5.4 et la figure 5.11 montre que la perte au feu augmente avec la température de calcination pour les deux échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200. Cette augmentation est due à la décomposition du carbonate de calcium (CaCO_3) en oxyde de calcium (CaO) et en dioxyde de carbone (CO_2). La perte au feu correspond à la masse de CO_2 libérée lors de la décomposition du CaCO_3 . Plus la température de calcination est élevée, plus la décomposition du CaCO_3 est importante, ce qui entraîne une augmentation de la perte au feu.

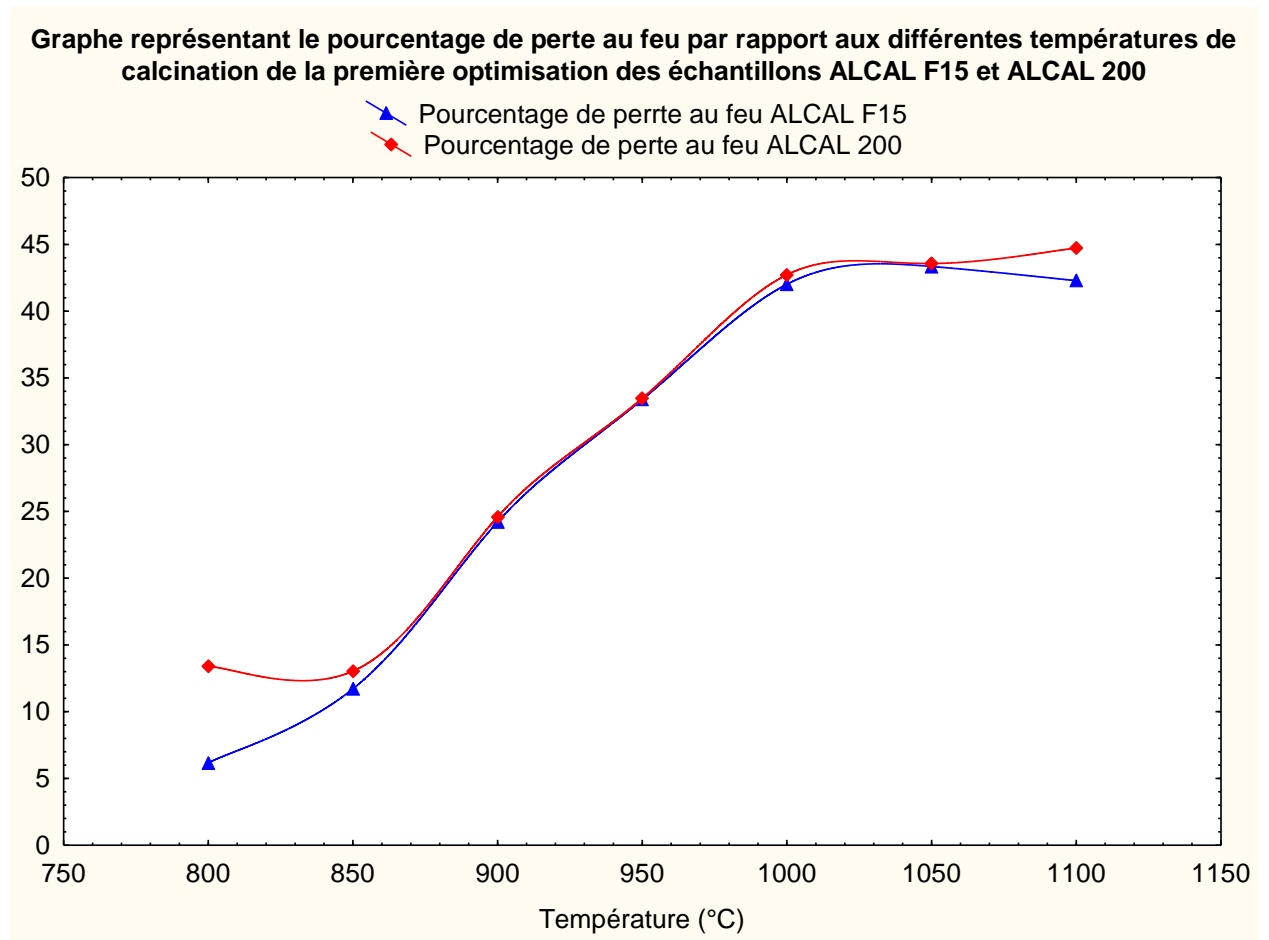


Figure 5.11 : Représente le graphique de la perte au feu des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 pendant la calcination.

Conclusion

L'optimisation de la température de calcination permet d'obtenir un bon pourcentage de CaO, mais cela implique une augmentation du coût énergétique. En contrepartie, on gagne du temps, ce qui permet d'augmenter la productivité et d'améliorer la qualité du produit.

2. La 2^{ème} optimisation de température

L'analyse des résultats de la calcination du carbonate de calcium selon le tableau 5.5, montre que la température optimale pour obtenir un bon pourcentage de CaO est de 1000°C. En effet, à cette température, le pourcentage de CaO est le plus élevé (56,017%). Cela indique que la réaction de décomposition du carbonate de calcium est la plus complète à cette température. À des températures plus basses, la réaction de décomposition est incomplète, ce qui entraîne un pourcentage de CaO plus faible. À des températures plus élevées, la surchauffe du matériau peut entraîner la formation d'autres composés ou la volatilisation du CaO, ce qui diminue également le pourcentage de CaO.

Tableau 5.5 : Représente la 2^{ème} optimisation de température (ALCAL F15).

Les essais	1	2	3	4	5	6	7
Température (°C)	800	850	900	950	1000	1050	1100
Temps de palier (h)	1	1	1	1	1	1	1
Masse de poudre (g)	20	20	20	20	20	20	20
Masse de Cao (g)	18,045	16,866	13,998	11,322	11,130	11,343	11,417
Pourcentage de Cao (%)	90,895	84,255	69,989	56,489	56,017	56,644	57,2289
Masse de perte de feu (g)	1,808	3,152	6,002	8,721	8,739	8,682	8,512
Pourcentage de perte de feu (%)	9,105	15,134	30,011	43,511	43,983	43,356	42,711

L'analyse des résultats de la calcination du carbonate de calcium (tableau 5.6), la température optimale pour obtenir un bon pourcentage de CaO se situe à 1000°C. En effet, à cette température, le pourcentage de CaO atteint son maximum (56,039%). Cela suggère que la réaction de décomposition du carbonate de calcium est la plus complète à 1000°C. Aux températures inférieures, la réaction est incomplète, conduisant à un pourcentage de CaO plus faible. Inversement, aux températures supérieures, la surchauffe du matériau peut entraîner la formation d'autres composés ou la volatilisation du CaO, réduisant également le pourcentage de CaO.

Tableau 5.6 : Représente la 1^{ère} optimisation de température (ALCAL 200).

Les essais	1	2	3	4	5	6	7
Température (°C)	800	850	900	950	1000	1050	1100
Temps de palier (h)	1	1	1	1	1	1	1
Masse de poudre (g)	20	20	20	20	20	20	20
Masse de Cao (g)	18,976	17,541	14,354	11,357	11.,249	11,389	11,738
Pourcentage de Cao (%)	94,834	87,842	71,779	56,554	56,039	56,738	58,691
Masse de perte de feu (g)	1,034	2,428	5,644	8,725	8,824	8,684	8,262
Pourcentage de perte de feu (%)	5,166	12,158	28,221	43,446	43,961	43,262	41,309

D'après la figure 5.12 présente le graphique du pourcentage de CaO, la température optimale pour la calcination des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 pendant 1 heure semble être de 1000°C.

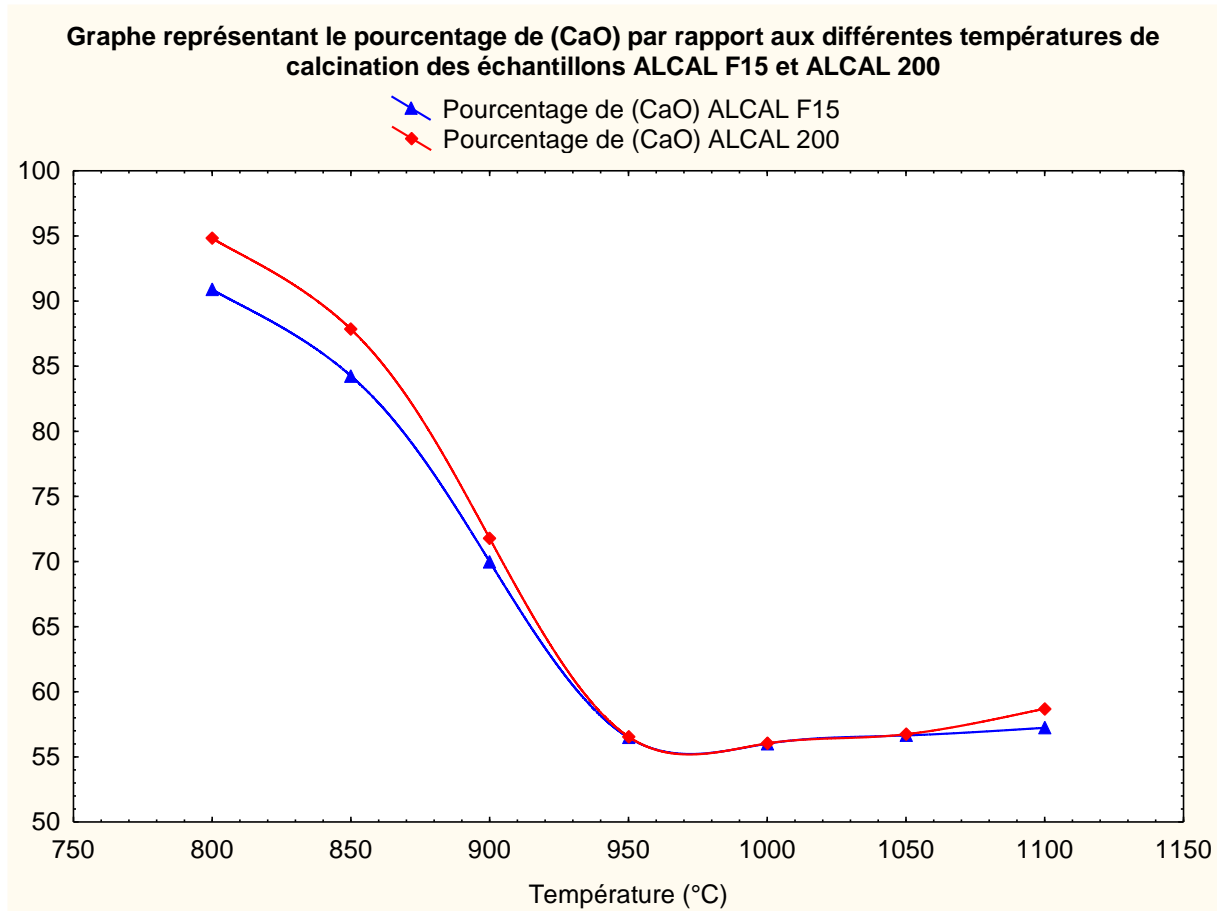


Figure 5.12 : Représente le graphique du pourcentage de CaO des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 en fonction du temps de la 2^{ème} optimisation.

La perte au feu est la plus faible à 1000°C, avec 43,983% pour d'ALCAL F15. Cela signifie que la quantité de CO₂ libérée est la plus faible à cette température, ce qui maximise la quantité de CaO obtenu. En effet, à des températures plus basses, la réaction de décomposition est incomplète, ce qui entraîne une libération de CO₂ plus importante. À des températures plus élevées, la surchauffe du matériau peut entraîner la formation d'autres composés ou la volatilisation du CaO, ce qui augmente également la perte au feu.

La perte au feu, d'ALCAL 200 représente la quantité de CO₂ libérée, est la plus faible à 1000°C (43,961%). Ce résultat indique que la quantité de CO₂ libérée est minimisée à cette température, maximisant ainsi la quantité de CaO obtenu. En effet, aux températures inférieures, la réaction de décomposition incomplète entraîne une libération de CO₂ plus importante. Aux températures supérieures, la surchauffe du matériau peut entraîner la formation d'autres composés ou la volatilisation du CaO, augmentant également la perte au feu selon la figure 5.13 :

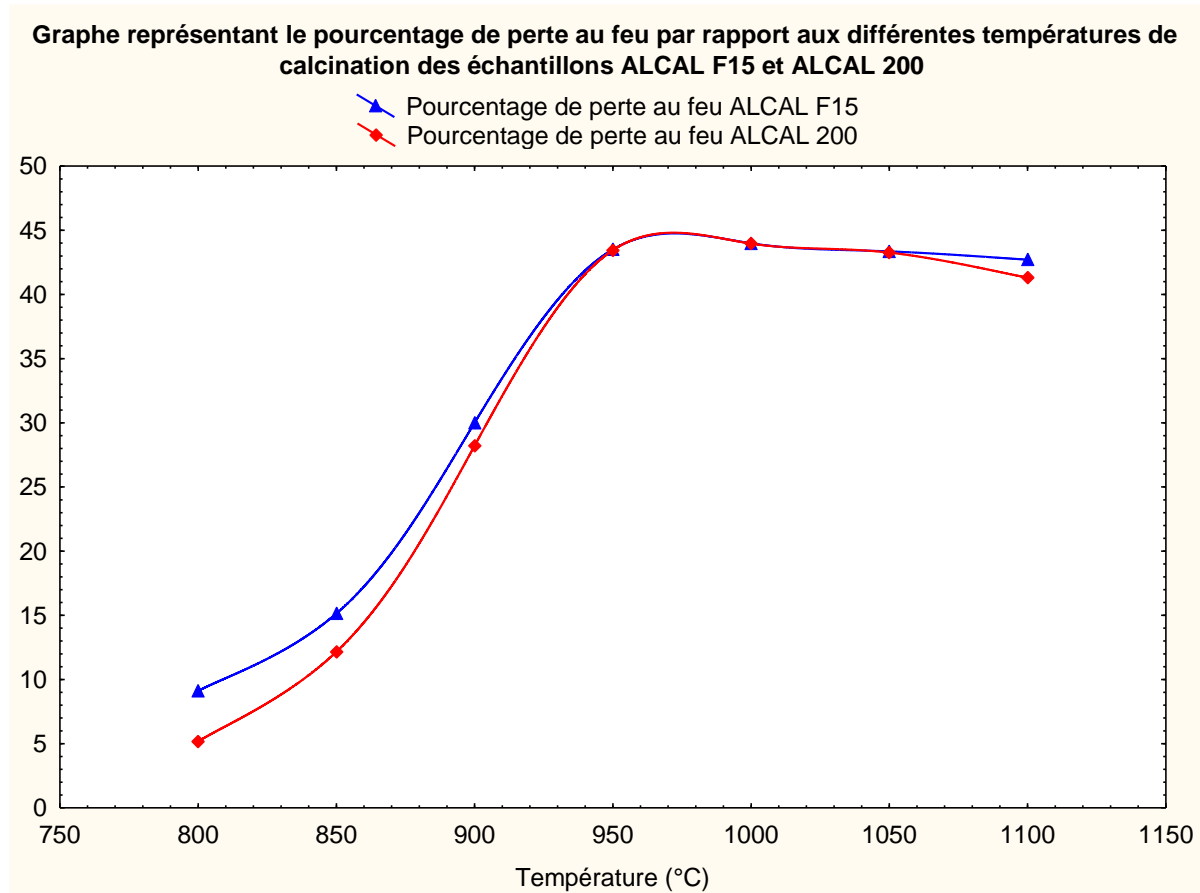


Figure 5.13 : Représente le graphique du pourcentage de la perte au feu des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 en fonction du temps de la 2^{ème} optimisation.

Conclusion

Optimiser la température de calcination conduit à un rendement satisfaisant en CaO, mais cela prolonge le temps de processus. Cependant, cette optimisation réduit les coûts énergétiques, ce qui peut stimuler la productivité et élever la qualité du produit.

3. La 3^{ème} optimisation de temps de calcination

Le tableau 5.7, présente les résultats de cinq essais d'optimisation du temps de palier pour la calcination de l'ALCAL F15. On observe que la température de calcination est maintenue constante à 1000°C pour tous les essais. Le temps de palier, quant à lui, varie de 30 à 70 minutes. La masse de poudre est également constantes à 20g.

Tableau 5.7 : Résultats de 3^{ème} optimisation de température, t=1h (ALCAL F15).

Les essais	1	2	3	4	5
Température (°C)	1000	1000	1000	1000	1000
Temps de palier (min)	30	40	50	60	70
Masse de poudre (g)	20	20	20	20	20
Masse de Cao (g)	11,562	11,419	11,346	11,343	11,392
Pourcentage de Cao (%)	57,989	57,145	56,689	56,644	57,033
Masse de perte au feu (g)	8,376	8,568	8,668	8,682	8,582
Pourcentage de perte au feu (%)	42,011	42,855	43,311	43,356	42,967

Ainsi, cette optimisation du temps d'agitation est réalisée pour l'échantillon ALCAL 200, comme le montre le tableau 5.8 :

Tableau 5.8 : Résultats de 3^{ème} optimisation de température, t=1h (ALCAL 200).

Les essais	1	2	3	4	5
Température (°C)	1000	1000	1000	1000	1000
Temps de palier (min)	30	40	50	60	70
Masse de poudre (g)	20	20	20	20	20
Masse de Cao (g)	11,419	11,287	11,314	11,249	11,374
Pourcentage de Cao (%)	57,275	56,442	56,578	56,039	56,958
Masse de perte au feu (g)	5,568	8,711	8,683	8,824	8,595
Pourcentage de perte au feu (%)	42,725	43,558	43,422	43,961	43,042

En analysant les résultats de l'échantillon ALCAL F15, on constate que le pourcentage de CaO augmente légèrement avec le temps de palier, passant de 57,989% pour un temps de palier de 30 minutes à 57,033% pour un temps de palier de 70 minutes. Inversement, le pourcentage de perte au feu diminue légèrement avec le temps de palier, passant de 42,011% à 42,967%.

Ces résultats suggèrent que l'augmentation du temps de palier favorise la conversion de la poudre en CaO. Cependant, l'augmentation du temps de palier ne semble pas avoir un impact significatif sur le pourcentage de CaO obtenu.

Le temps de palier optimal d'ALCAL F15 est de 60 minutes, car il permet d'obtenir un pourcentage de CaO élevé (56,644%) tout en minimisant la perte au feu (43,356%). L'augmentation du temps de palier au-delà de 60 minutes n'entraîne qu'une faible augmentation du pourcentage de CaO, tandis que la perte au feu continue d'augmenter.

L'analyse de l'échantillon ALCAL 200 montre que le temps de palier optimal est de 60 minutes. En effet, à ce temps de palier, on observe le pourcentage de CaO le plus élevé (56,958%) et la masse de perte au feu la plus faible (8,595 grammes). Cela signifie que le temps de palier de 60 minutes permet d'obtenir une conversion maximale du calcaire en oxyde de calcium tout en minimisant les émissions de CO₂, comme ce montre dans le graphique suivant :

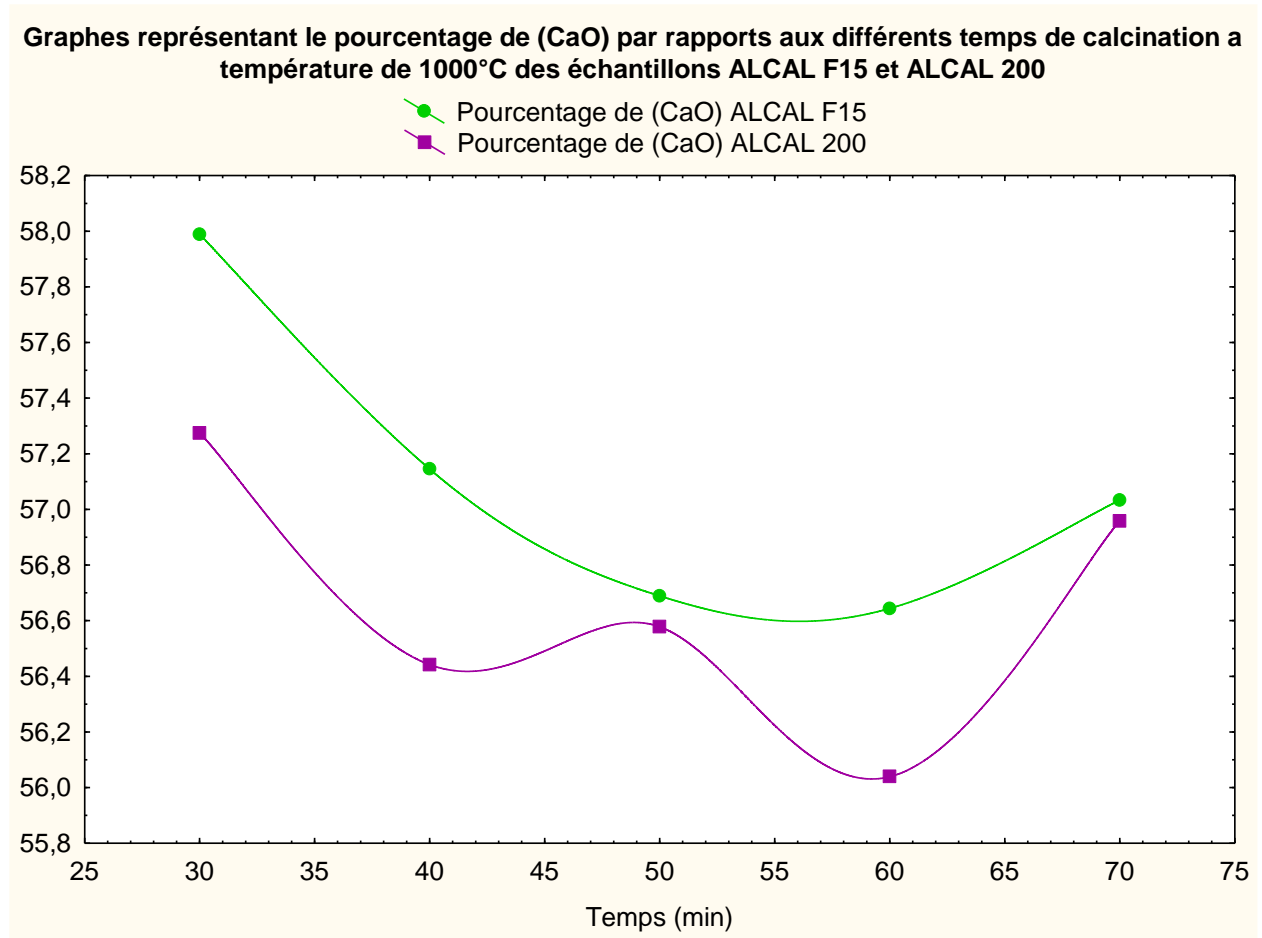


Figure 5.14 : Représente le graphique de pourcentage de CaO des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200.

Les tableaux 5.7 et 5.8 présentent les résultats de la troisième optimisation de température pour les échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200, avec un temps de palier de 1 heure. L'objectif de cette optimisation est de déterminer l'influence du temps de palier sur la perte au feu à une température de 1000°C.

En analysant les résultats pour l'échantillon ALCAL F15 (tableau 5.7), on observe que la perte au feu varie légèrement entre les essais, allant de 42,011% à 43,356%. Cela suggère que le temps de palier n'a pas un impact significatif sur la perte au feu pour l'échantillon ALCAL F15 à 1000°C.

Pour l'échantillon ALCAL 200 (tableau 5.8), la perte au feu varie également légèrement entre les essais, allant de 42,725% à 43,961%. Comme pour l'échantillon ALCAL F15, cela suggère que le temps de palier n'a pas un impact significatif sur la perte au feu pour l'échantillon ALCAL 200 à 1000°C.

En comparant les deux échantillons, on constate que la perte au feu moyenne pour l'échantillon ALCAL F15 est de 42,747%, tandis que la perte au feu moyenne pour l'échantillon ALCAL 200 est de 43,323%. Les résultats de cette troisième optimisation de température montrent que le temps de palier n'a pas un impact significatif sur la perte au feu pour les échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 à 1000°C. La perte au feu reste relativement constante entre 42% et 43% pour les deux échantillons, quelle que soit la durée du palier.

Si l'objectif est de minimiser la perte au feu, il est recommandé de calciner les échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 à une température inférieure à 1000°C. Si l'objectif est d'obtenir un rendement en CaO élevé, il est recommandé de calciner les échantillons à une température de 1000°C, en acceptant une perte au feu plus importante, comme ce montre dans le graphique suivant :

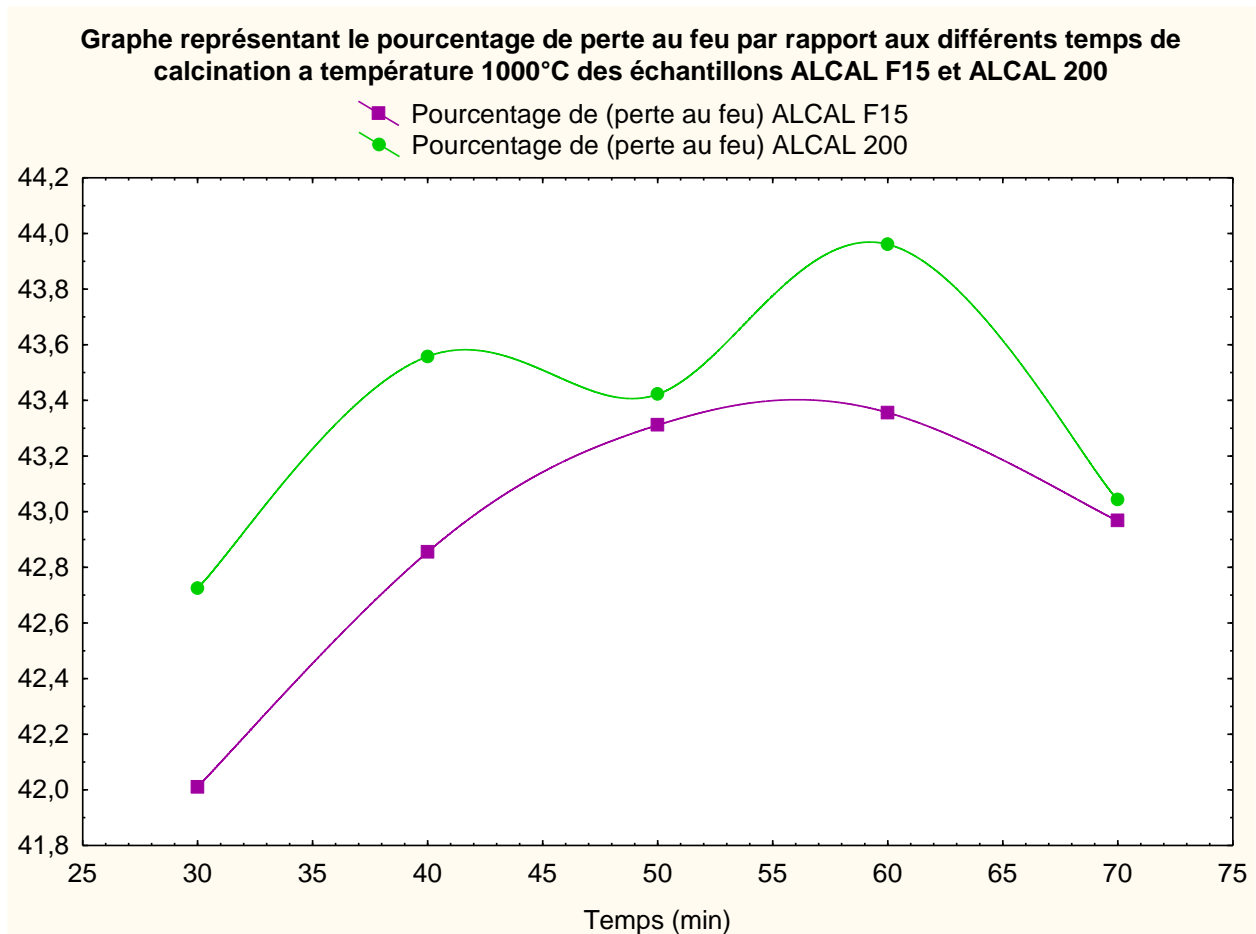


Figure 5.15 : Représente le graphique de la perte au feu des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 pendant la calcination.

3) Hydratation

L'hydratation de la chaux vive (CaO) en carbonate de calcium (CaCO₃) est une réaction chimique importante. Le rendement et le pourcentage d'augmentation du poids sont deux paramètres clés qui permettent de déterminer la fiabilité de l'hydratation.

« Rendement de l'hydratation »

Le rendement de l'hydratation (en %) est donné par la formule suivante :

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

- L'intervalle du rendement de la chaux éteinte se situe généralement entre 110 % et 130%.
- Le rendement théorique de la chaux éteinte est de 135,6 %. Cependant, dans la pratique, il est difficile d'atteindre ce rendement en raison de pertes lors de la filtration et du séchage.
- Un rendement inférieur à 110 % peut indiquer que l'hydratation de la chaux vive n'a pas été complète.
- Un rendement supérieur à 130 % peut indiquer la présence d'impuretés dans la chaux éteinte.
- Il est important de noter que l'intervalle de rendement peut varier en fonction de la pureté de la chaux vive utilisée et de l'efficacité du procédé d'hydratation.

« Pourcentage d'augmentation du poids »

Le pourcentage d'augmentation du poids est donné par l'équation suivante :

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

- L'augmentation de poids attendue pour l'hydratation complète de la chaux vive est d'environ 25 %.
- L'intervalle du pourcentage d'augmentation du poids est entre 10% et 25%
- Pourcentage inférieur à 10 % : Vérifier la pureté de la chaux vive, ajuster le rapport eau/chaux vive, augmenter la température d'hydratation ou prolonger le temps de réaction.
- Pourcentage supérieur à 25 % : Réduisez la quantité d'eau utilisée pour l'hydratation.

En résumé, le rendement et le pourcentage d'augmentation du poids sont des indicateurs complémentaires qui permettent d'évaluer la fiabilité de l'hydratation de la chaux vive en carbonate de calcium. Un rendement élevé et une augmentation de poids importante indiquent une réaction d'hydratation complète, tandis qu'un faible rendement et une faible augmentation de poids peuvent suggérer une réaction d'hydratation incomplète.

1. Hydratation de la 1^{ère} optimisation

L'hydratation de la chaux vive (CaO) avec de l'eau (H₂O) est une réaction exothermique qui produit de l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂), également connu sous le nom de chaux éteinte.

L'hydratation de la chaux vive de carbonate de calcium est un processus efficace qui permet d'obtenir un rendement élevé d'hydroxyde de calcium hydraté. La température, le temps d'agitation et le rapport eau/chaux vive sont des paramètres importants qui influencent le rendement de l'hydratation.

Les résultats de la poudre ALCAL F15 présentés dans le tableau 5.9, montre l'influence de la température et du rapport CaO/H₂O sur le rendement de l'hydratation et l'augmentation du poids.

Tableau 5.9 : Résultats de l'hydratation de la 1^{er} optimisation (ALCAL F15).

Température (°C)	Masse initiale de la chaux vive (g)	Rapport	pH (Avant l'agitation)	Le temps d'agitation (min)	pH (Après l'agitions)	Masse finale d'hydroxyde de calcium hydraté (g)	Rendement de l'hydratation (%)	Résultat	Pourcentage d'augmentation du poids (%)	Résultat
800	5,0060	2 :1	12,20	10	12,85	4,2446	84,790	Non conforme	-15,210	Non conforme
	5,0010	3 :1	12,11	15	12,40	4,3001	85,985	Non conforme	-14,015	Non conforme
850	5,0006	2 :1	12,46	10	12,50	4,3860	87,710	Non conforme	-12,290	Non conforme
	5,0050	3 :1	12,30	15	12,53	4,2639	85,190	Non conforme	-14,810	Non conforme
900	5,0000	2 :1	12,74	10	12,98	4,6831	93,660	Non conforme	-6,330	Non conforme
	5,0000	3 :1	12,83	15	12,80	5,1727	103,450	Non conforme	3,450	Non conforme
950	5,0099	2 :1	12,19	10	12,65	4,9423	98,650	Non conforme	-1,350	Non conforme
	5,0044	3 :1	13,09	15	13,31	4,7563	95,04	Non conforme	-4,960	Non conforme
1000	5,0000	3 :1	13,01	10	13,29	4,8054	96,108	Non conforme	-3,920	Non conforme
	5,0037	3 :1	12,30	15	13,53	5,6039	111,990	Conforme	11,990	Conforme
1050	5,0300	2 :1	13,33	10	13,29	6,1351	121,970	Conforme	21,970	Conforme
	5,0080	3 :1	12,64	15	13,15	6,1165	122,130	Conforme	22,130	Conforme

Tout d'abord, à une température de 1050°C, le rapport eau/chaux vive de 3 :1 semble produire les rendements les plus élevés d'hydratation de la chaux vive. Cela est soutenu par les données qui montrent un rendement d'hydratation de 122,130% et un pourcentage d'augmentation du poids de 22.130%, indiquant une conversion efficace de la chaux vive en hydroxyde de calcium hydraté.

D'autre part, à 800°C, les deux rapports eau/chaux vive présentent des rendements inférieurs à 90% avec des pourcentages négatifs d'augmentation du poids, suggérant une inefficacité dans le processus d'hydratation à cette température.

À 1000°C, le rapport eau/chaux vive de 3 :1 montre un rendement d'hydratation de 111,990% avec un pourcentage d'augmentation du poids de 11,990%, ce qui indique une efficacité supérieure à celle du rapport 2 :1 à cette température.

Ces observations suggèrent que la température optimale de la calcination joue un rôle crucial dans le processus d'hydratation de la chaux vive, et que le rapport de 3:1 semble être le plus fiable pour obtenir des rendements d'hydratation élevés.

Globalement, l'ALCAL 200 (tableau 5.10) semble atteindre des rendements légèrement plus élevés que l'ALCAL F15, en particulier à des températures plus élevées. À 800°C et 850°C, les deux rapports présentent des rendements inférieurs à 90% avec des augmentations de poids négatives, suggérant une hydratation inefficace. À 900°C, le rapport 3 :1 montre un rendement de 110,959% avec une augmentation de poids de 10,959%, indiquant une hydratation complète à cette température. À 1000°C et 1050°C, les deux rapports atteignent des rendements élevés et des augmentations de poids positives, confirmant que la température 1050°C est optimale pour l'ALCAL 200.

Pour maximiser le rendement de l'hydratation, il est recommandé d'utiliser une température de 1050°C et un rapport eau/chaux vive de 3 :1. Le choix du type de chaux adapté à l'application spécifique est important, car les performances peuvent varier légèrement entre les différents types.

Tableau 5.10 : Résultats de l'hydratation de la 1^{er} optimisation (ALCAL 200).

Température (°C)	Masse initiale de la chaux vive (g)	Rapport	pH (Avant l'agitation)	Temps d'agitation (min)	pH (Après l'agitions)	Masse finale d'hydroxyde de calcium hydraté (g)	Rendement de l'hydratation (%)	Résultat	Pourcentage d'augmentation du poids (%)	Résultat
800	5,0233	2 :1	12,30	10	12,95	4,3183	85,965	Non conforme	-14,035	Non conforme
	5,0002	3 :1	12,26	15	12,70	4,3012	86,021	Non conforme	-13,979	Non conforme
850	5,0001	2 :1	12,55	10	12,85	4,1882	83,762	Non conforme	-16,238	Non conforme
	5,0007	3 :1	12,30	15	12,80	4,2556	85,100	Non conforme	-14,899	Non conforme
900	5,0000	2 :1	12,68	10	12,86	4,0278	80,556	Non conforme	-19,444	Non conforme
	5,0009	3 :1	12,50	15	12,65	4,5498	90,979	Non conforme	-9,020	Non conforme
950	5,0023	2 :1	12,63	10	12,70	5,4045	108,040	Non conforme	8,040	Non conforme
	5,0001	3 :1	12,87	15	13,41	5,5481	110,959	Conforme	10,959	Conforme
1000	5,0024	2 :1	13,29	10	13,34	5,8802	117,548	Conforme	17,548	Conforme
	5,0024	3 :1	13,16	15	13,33	5,9821	119,630	Conforme	19,630	Conforme
1050	5,0039	2 :1	13,09	10	13,22	6,2290	124,483	Conforme	24,483	Conforme
	5,0039	3 :1	13,10	15	13,29	6,2484	124,512	Conforme	24,512	Conforme

2. Hydratation de la 2^{ème} optimisation

L'analyse des résultats d'ALCAL F15, d'après le tableau 5.11, montre que le rapport eau/chaux vive 5:1 est plus fiable que le rapport 4:1 pour obtenir un bon rendement d'hydratation. La température optimale se situe entre 950°C et 1000°C.

En effet, le rapport 5:1 donne généralement un pH plus élevé, un meilleur rendement et une masse finale plus importante que le rapport 4:1. Cette observation est particulièrement visible à des températures plus élevées (950°C et plus).

De plus, la température a un impact significatif sur l'hydratation. On observe une augmentation du pH, du rendement et de la masse finale avec l'augmentation de la température. Cependant, à 1100°C, le rendement diminue pour le rapport 5:1, ce qui suggère une surchauffe.

Enfin, les résultats sont considérés conformes si le pH est supérieur à 12,5 et le rendement supérieur à 110%. Seuls les résultats obtenus à 950°C et 1000°C avec le rapport 5:1 et à 1050°C avec le rapport 4:1 sont conformes.

On peut conclure que le rapport le plus fiable pour la deuxième optimisation est de 5:1 à 1000°C.

Tableau 5.11 : Résultats de l'hydratation de la 2^{ème} optimisation (ALCAL F15).

Température (°C)	Masse initiale de la chaux vive (g)	Rapport	PH (Avant l'agitation)	Temps d'agitation (min)	PH (Après l'agitations)	Masse finale d'hydroxyde de calcium hydraté (g)	Rendement de l'hydratation (%)	Résultat	Pourcentage d'augmentation du poids (%)	Résultat
800	5,0000	4 :1	12,48	20	12,70	4,8222	97,644	Non conforme	-3,556	Non conforme
	5,0000	5 :1	12,48	25	12,75	4,8196	96,386	Non conforme	-3,614	Non conforme
850	5,0000	4 :1	12,56	20	12,71	5,0953	101,896	Non conforme	1,896	Non conforme
	5,0000	5 :1	12,45	25	12,80	5,0890	101,780	Non conforme	1,780	Non conforme
900	5,0000	4 :1	12,05	20	12,50	4,5366	90,732	Non conforme	-9,268	Non conforme
	5,0000	5 :1	12,31	25	12,54	4,3869	87,720	Non conforme	-12,279	Non conforme
950	5,0000	4 :1	12,40	20	12,41	5,9242	118,477	Conforme	18,477	Conforme
	5,0000	5 :1	12,50	25	12,74	6,1123	122,234	Conforme	22,234	Conforme
1000	5,0000	4 :1	12,54	20	13,33	6,2088	124,176	Conforme	24,176	Conforme
	5,0000	5 :1	12,51	25	13,34	6,2935	125,862	Conforme	25,862	Conforme
1050	5,0000	4 :1	12,60	20	13,44	6,0453	120,896	Conforme	20,896	Conforme
	5,0000	5 :1	12,59	25	13,19	5,7081	114,162	Conforme	14,162	Conforme
1100	5,0000	4 :1	12,54	20	13,46	5,9941	119,882	Conforme	19,882	Conforme
	5,0000	5 :1	12,65	25	13,10	4,5272	90,542	Non conforme	-9,458	Non conforme

L'analyse des résultats de l'hydratation de la chaux vive ALCAL 200 (tableau 5.12) met en évidence l'importance du rapport eau/chaux et de la température pour obtenir un rendement optimal.

Le rapport 5:1 se révèle plus efficace que le rapport 4:1, offrant un pH plus élevé, un meilleur rendement et une masse finale plus importante, particulièrement à des températures élevées.

La température joue également un rôle crucial, avec une augmentation du pH, du rendement et de la masse finale observée avec l'augmentation de la température. Cependant, il est important de noter qu'une surchauffe peut survenir à des températures supérieures à 1000°C, comme le montre la diminution du rendement pour le rapport 5:1 à 1100°C.

En conclusion, pour une hydratation optimale de la chaux vive ALCAL 200, il est recommandé d'utiliser un rapport eau/chaux vive de 5:1 et une température de 1000°C. Il est important de surveiller le pH et le rendement pour s'assurer que le processus se déroule correctement et de ne pas dépasser 1000°C pour éviter la surchauffe

Tableau 5.12 : Résultats de l'hydratation de la 2^{ème} optimisation (ALCAL 200).

Température (°C)	Masse initiale de la chaux vive (g)	Rapport	pH (Avant l'agitation)	Temps d'agitation (min)	pH (Après l'agitations)	Masse finale d'hydroxyde de calcium hydraté (g)	Rendement de l'hydratation (%)	Résultat	Pourcentage d'augmentation du poids (%)	Résultat
800	5,0000	4 :1	12,20	20	12,50	4,4748	89,492	Non conforme	-10,508	Non conforme
	5,0000	5 :1	12,27	25	12,67	4,5063	90,126	Non conforme	-9,874	Non conforme
850	5,0000	4 :1	12,29	20	12,71	4,9028	98,056	Non conforme	-1,944	Non conforme
	5,0000	5 :1	12,31	25	12,76	4,4124	88,248	Non conforme	-11,752	Non conforme
900	5,0000	4 :1	12,33	20	12,80	4,8327	96,654	Non conforme	-3,346	Non conforme
	5,0000	5 :1	12,40	25	12,95	5,0155	100,310	Non conforme	0,310	Non conforme
950	5,0000	4 :1	12,48	20	12,96	5,4326	108,628	Non conforme	8,628	Non conforme
	5,0000	5 :1	12,50	25	13,10	6,0095	120,190	Conforme	20,190	Conforme
1000	5,0000	4 :1	12,67	20	13,15	5,7181	114,362	Conforme	14,362	Conforme
	5,0000	5 :1	12,50	25	13,30	6,1333	122,666	Conforme	22,666	Conforme
1050	5,0000	4 :1	12,78	20	13,26	5,7224	114,432	Conforme	14,432	Conforme
	5,0000	5 :1	12,60	25	13,30	5,7548	115,096	Conforme	15,096	Conforme
1100	5,0000	4 :1	12,63	20	13,34	5,8288	116,557	Conforme	16,577	Conforme
	5,0000	5 :1	12,59	25	13,13	5,2700	105,394	Non conforme	5,394	Non conforme

3. Optimisation du temps d'agitation

Le choix du temps d'agitation adapté à l'application spécifique est crucial pour obtenir des performances optimales.

L'analyse des résultats montre que le temps d'agitation est un facteur crucial pour atteindre un rendement d'hydratation optimal de l'ALCAL F15 (tableau 5.13) avec un rapport chaux vive/eau de 5 :1. Entre 5 et 15 minutes d'agitation, le rendement d'hydratation augmente progressivement, mais l'augmentation de poids reste en dessous de la plage cible. Entre 20 et 25 minutes d'agitation, le rendement d'hydratation atteint son maximum et l'augmentation de poids se situe dans la plage cible souhaitée. Après 25 minutes d'agitation, le rendement d'hydratation commence à légèrement diminuer, mais l'augmentation de poids reste au-dessus de la plage cible. En conclusion, le temps d'agitation optimal pour l'hydratation de l'ALCAL F15 avec un rapport chaux vive/eau de 5 :1 est de 25 minutes. Cette plage de temps permet d'atteindre un rendement d'hydratation élevé et une augmentation de poids conforme aux exigences souhaitées.

Tableau 5.13 : Résultats de l'hydratation de la 3^{ème} optimisation (ALCAL F15).

Température (°C)	Masse initiale de la chaux vive (g)	Temps d'agitation (min)	Masse finale d'hydroxyde de calcium hydraté (g)	Rendement de l'hydratation (%)	Résultat	Pourcentage d'augmentation du poids (%)	Résultat
1000	5,0000	5	5,3728	107,456	Non conforme	7,456	Non conforme
	5,0000	10	5,4075	108,150	Non conforme	8,150	Non conforme
	5,0000	15	5,4537	109,174	Non conforme	9,074	Non conforme
	5,0000	20	5,5288	110,576	Conforme	10,576	Conforme
	5,0000	25	5,6321	112,642	Conforme	12,642	Conforme
	5,0000	30	5,6050	112,098	Conforme	12,098	Conforme

Ainsi que le temps d'agitation optimal pour l'hydratation de l'ALCAL 200 (tableau 5.14) avec un rapport eau/chaux vive de 5 :1 est de 25 minutes. Cette plage de temps permet d'atteindre un rendement d'hydratation élevé de 117,934% et une augmentation de poids de 17,934% est conforme aux exigences souhaitées, tout en évitant les phases d'instabilité et de diminution du rendement.

Tableau 5.14 : Résultats de l'hydratation de la 3^{ème} optimisation (ALCAL 200).

Température (°C)	Masse initiale de la chaux vive (g)	Temps d'agitation (min)	Masse finale d'hydroxyde de calcium hydraté (g)	Rendement de l'hydratation (%)	Résultat	Pourcentage d'augmentation du poids (%)	Résultat
1000	5,0000	5	5,8796	117,592	Conforme	17,592	Conforme
	5,0000	10	5,6784	113,568	Conforme	13,568	Conforme
	5,0000	15	5,4400	108,800	Non conforme	8,800	Non conforme
	5,0000	20	5,8967	111,754	Conforme	11,754	Conforme
	5,0000	25	5,5877	117,934	Conforme	17,934	Conforme
	5,0000	30	5,5733	111,459	Conforme	11,459	Conforme

4) Carbonatation

L'objectif était de carbonater la chaux éteinte (hydroxyde de calcium) pour former du carbonate de calcium précipité ayant un pH d'environ 9. Cependant, le pH n'a diminué que jusqu'à 12,28 avant de recommencer à augmenter, comme indiqué dans le tableau suivant :

Tableau 5.15 : Résultats de la carbonatation de la chaux éteinte.

Débit (L/heure)	Temps d'agitation (min)	pH
30	0	13,40
30	2	13,36
30	5	13,01
30	10	12,46
30	15	12,28
30	20	12,59
30	30	13,11

Dans les conditions opératoires utilisées, nous n'avons pas pu obtenir le pH de 9. Plusieurs facteurs peuvent expliquer l'échec de l'expérience. Il est possible que la quantité de dioxyde de carbone utilisée n'ait pas été suffisante pour carbonater complètement la chaux éteinte. Le temps de contact entre le gaz et la solution pourrait également avoir été insuffisant. Une autre possibilité est que la réaction entre la chaux éteinte et le dioxyde de carbone n'ait pas été complète. Cela pourrait être dû à une agitation insuffisante, une température basse ou la présence d'impuretés dans les réactifs.

Il est également possible que la réaction ait produit du bicarbonate de calcium au lieu du carbonate de calcium. Le bicarbonate de calcium est un produit intermédiaire soluble qui peut se décomposer en dioxyde de carbone et en eau. Cela expliquerait la diminution initiale du pH suivie d'une augmentation lorsque le bicarbonate s'est décomposé.

Pour améliorer l'expérience, il est important de tenir compte des facteurs suivants :

1) Présence d'ions interférents :

Vérifiez la présence d'ions interférents dans la solution, tels que les ions magnésium ou fer, qui peuvent complexer les ions carbonate et empêcher la précipitation complète du

carbonate de calcium. Si des ions interférents sont présents, vous devrez les éliminer avant de poursuivre la réaction.

2) Cinétique de la réaction :

La réaction de précipitation du carbonate de calcium peut être lente. On doit s'assurer que la réaction a suffisamment du temps pour se produire. On peut augmenter la vitesse de la réaction en augmentant la température ou en ajoutant un catalyseur.

L'utilisation d'un catalyseur peut effectivement accélérer la réaction de précipitation du carbonate de calcium. Les catalyseurs couramment utilisés sont les enzymes (Carbonate déshydrase ou Uréase), les Composés inorganiques (Ions métalliques et Oxydes métalliques) et les Composés organiques (Acides aminés et Polymères)

En tenant compte de ces facteurs, l'expérience peut être améliorée pour atteindre le résultat souhaité d'un pH final d'environ 9.

5) Les analyses de la chaux éteinte

1. Diffraction des rayons X

La figure suivante représente l'analyse par diffraction des rayons X (DRX) de l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), également connu sous le nom de portlandite. Cette dernière est une forme minérale de l'hydroxyde de calcium, couramment formée comme produit de l'hydratation du ciment Portland, d'où elle tire son nom.

Les pics caractéristiques de l'hydroxyde de calcium apparaissent à des angles spécifiques (2θ) correspondant aux plans cristallographiques de la portlandite. Voici quelques-uns des pics principaux identifiés :

- (001) à $18,1^\circ$
- (100) à $28,7^\circ$
- (101) à $34,1^\circ$
- (102) à $47,0^\circ$
- (110) à $50,6^\circ$
- (111) à environ $54,2^\circ$

En plus de ces pics, les caractéristiques de la calcite apparaissent typiquement aux angles suivants (2θ) :

- (104) à $29,4^\circ$
- (110) à $36,0^\circ$
- (113) à $39,4^\circ$
- (202) à $43,2^\circ$
- (018) à $47,5^\circ$
- (116) à $48,5^\circ$

Les positions des pics obtenus correspondent aux valeurs de référence pour la portlandite et la calcite, ce qui confirme la présence de $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ et de CaCO_3 dans les échantillons analysés.

Cette analyse DRX est essentielle car elle permet de déterminer la composition minéralogique des échantillons avec précision. Les pics observés à des angles spécifiques (2θ) sont des signatures des plans cristallographiques des minéraux présents. En comparant ces angles avec les valeurs théoriques, on peut identifier les phases minérales et vérifier leur pureté.

La présence de pics spécifiques à la portlandite indique que l'hydroxyde de calcium est bien formé, en raison du processus de l'hydratation de la chaux éteinte. De même, les pics de la calcite suggèrent que du carbonate de calcium est également présent, ce qui pourrait résulter du processus de carbonatation fait par le barbotage au (CO_2)

En résumé, l'analyse DRX permet non seulement de confirmer la présence de portlandite et de calcite dans les échantillons, mais aussi d'évaluer leur proportion relative et la pureté des phases cristallines, fournissant ainsi des informations cruciales sur la composition et les processus de formation de l'échantillon étudié.

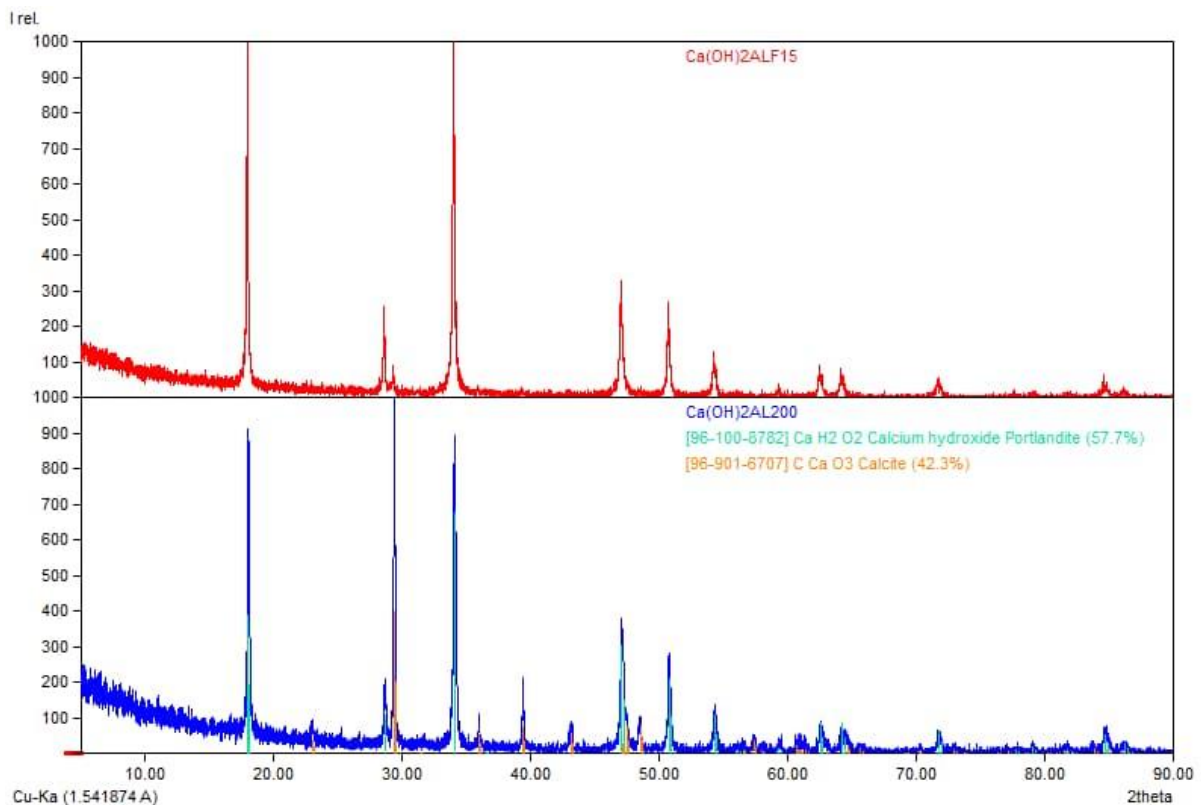


Figure 5.16 : Graphe de diagramme de diffraction des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$.

a) Composition de phase

La figure suivante nous donne le pourcentage de la composition des phases des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 du $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$, auxquelles nous avons pu identifier :

- 57,7 % d'hydroxyde de calcium portlandite $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$.
- 42,3 % de calcite (CaCO_3).
- Il reste 16,3 surfaces de pics non identifiés.

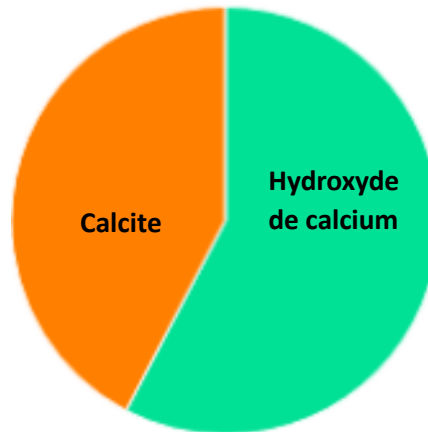


Figure 5.17 : Donnant la composition des phases en pourcentage des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 du $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$.

b) Composition élémentaire

La figure suivante nous donne le pourcentage du poids des éléments composants les échantillons ALCAL F15 $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ et ALCAL 200 $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$.

- 48,1 % en calcium (Ca).
- 45,2 % en oxygène (O).
- 5,1 % en carbone (C).
- 4,6 % en hydrogène (H).

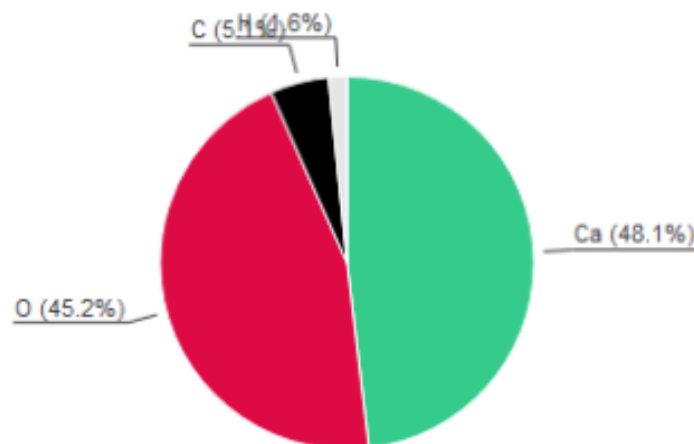


Figure 5.18 : Composition élémentaire en $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ et (CaCO_3) .

c) Détail d'identification

◆ La phase portlandite [Ca(OH)₂]

Le tableau ci-dessous donne les caractéristiques et la structure cristalline de la portlandite et évalue les aspects comme la pureté, la taille et la forme des cristallites.

La structure cristalline de la portlandite est caractérisée par des couches alternées d'ions calcium (Ca²⁺) et de groupes hydroxyle (OH⁻). Les ions calcium sont coordonnés par six groupes hydroxyle, formant un réseau en feuillets.

Tableau 5.16 : Représente les détails d'identification de l'analyse DRX des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 [Ca(OH)₂] de la phase portlandite.

Teneur	0,816876
Densité	2,244 g/cm ³
Système cristallin	P – 3 m 1 trigonale (axe hexagonale)
Taille des cristallites	a= 3,5918 Å, c= 4,9063 Å

◆ La phase calcite (CaCO₃)

Le tableau ci-dessous donne les caractéristiques et la structure cristalline de la calcite et évalue les aspects comme la pureté, la taille et la forme des cristallites.

Tableau 5.17 : Représente les détails d'identification de l'analyse DRX des échantillons ALCAL F15 et ALCAL 200 (CaCO₃) de la phase calcite.

Teneur	0,744589
Densité	2,720 g/cm ³
Système cristallin	R – 3 c trigonale (axe hexagonale)
Taille des cristallites	a= 4,9844 Å, c= 17,0376 Å

d) Degré de cristallinité

Le degré de cristallinité est une mesure de la proportion de matière cristalline par rapport à la matière amorphe (non cristalline) dans un matériau donné. Il est souvent exprimé en pourcentage tel que :

- Matière cristalline = 45,16 %.
- Matière amorphe = 54,84 %.

2. La spectroscopie de fluorescence X

Tableau 5.18 : Les résultats de l'Analyse par Fluorescence des Rayons X (XRF) du hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂).

Eléments	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca
Unité	0,0 (ppm)	0,0 (ppm)	188,6 (ppm)	454,9 (ppm)	834,4 (ppm)	0,0 (ppm)	0,0 (ppm)	0,0 (ppm)	99,814 (%)

Eléments	Ti	V	Mn	Fe	Cu	Sr	Zr	Ce	Sm
Unité	13,0 (ppm)	32,6 (ppm)	27,6 (ppm)	94,4 (ppm)	20,5 (ppm)	113,7 (ppm)	3,7 (ppm)	0,0 (ppm)	0,0 (ppm)

Après le processus de carbonatation, le calcium demeure l'élément prédominant dans la chaux éteinte, avec une légère augmentation de sa concentration par rapport aux analyses antérieures du carbonate de calcium, passant de 99,755% à 99,814%. En outre, des analyses détaillées révèlent une diminution significative de la concentration de la plupart des impuretés présentes dans le carbonate de calcium. Parmi ces impuretés, le chlore (Cl), le potassium (K), le cérium (Ce) et le samarium (Sm) ont été soit considérablement réduits, soit entièrement éliminés du produit final. Ce processus de purification renforce la qualité et la pureté de la chaux éteinte, la rendant plus adaptée à un large éventail d'applications industrielles et commerciales.

Conclusion :

Contrairement au carbonate de calcium, l'hydroxyde de calcium se distingue par sa haute pureté. Ce composé est principalement constitué de calcium et d'hydroxyde, avec une remarquable absence d'autres éléments agissant en tant qu'impuretés significatives. Les processus de fabrication mis en œuvre ont été remarquablement efficaces pour éliminer les contaminants indésirables, garantissant ainsi un produit final d'une pureté exceptionnelle. Cette pureté élevée rend l'hydroxyde de calcium particulièrement adapté à des applications exigeant un degré élevé de pureté, notamment celles relevant des normes de qualité strictes, telles que celles de l'industrie pharmaceutique.

En résultat, nous avons pu poursuivre la préparation de notre suspension anti-reflux en utilisant de l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂), obtenu par le processus de carbonatation. Les analyses effectuées par fluorescence des rayons X (XRF) ont confirmé la pureté du produit

final, renforçant ainsi sa qualité et son adéquation aux exigences spécifiques des applications médicales et pharmaceutiques.

6) Formulation d'une suspension anti reflux

1. Objectif

L'objectif de cette étude est de développer et de caractériser une suspension buvable pharmaceutique en utilisant de la chaux éteinte purifiée, en substituant le carbonate de calcium présent dans le Gaviscon par de l'hydroxyde de calcium. Nous avons préparé cette formulation et l'avons comparée au produit de référence largement utilisé dans le traitement des reflux gastro-œsophagiens à savoir le Gaviscon, afin d'évaluer son efficacité et ses propriétés thérapeutiques.

Notre but est de créer une suspension aux propriétés physico-chimiques et thérapeutiques similaires à celles de Gaviscon, en visant une efficacité comparable dans le traitement des reflux gastro-œsophagiens. Pour atteindre cet objectif, nous avons conduit des tests de viscosité telle que les tests d'écoulement de la suspension et les tests de viscoélasticité.

2. Caractérisation de la morphologie de la suspension (observation microscopique)

Lors de la préparation de notre première phase, comportant le carbonate de calcium pour le produit de témoin, et de celle contenant l'hydroxyde de calcium pour notre suspension, nous avons effectué une observation microscopique. Pour ce faire, nous avons prélevé une goutte de chacune des deux suspensions buvables, à savoir le produit de témoin et la suspension à base de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Chaque goutte a été déposée délicatement sur une lame de microscope. Ensuite, nous avons couvert chaque goutte avec une lamelle couvre-objet, en veillant à éviter la formation de bulles d'air susceptibles de perturber l'observation.

Une fois les lames préparées, nous avons placé les échantillons sous un microscope pour une analyse détaillée de leur structure et de leurs caractéristiques microscopiques. Cette procédure nous a permis de comparer directement les propriétés des deux suspensions à un niveau cellulaire et particulaire, fournissant des informations précieuses sur leur homogénéité et leur comportement sous observation microscopique. Ces observations sont essentielles pour évaluer la qualité de la dispersion des particules et la structuration de chaque suspension.

L'analyse de la figure 5.19 révèle une dispersion homogène des particules de CaCO_3 au sein de la phase continue (phase 1). On observe une distribution uniforme des particules, de taille similaire, sans aucune formation d'agglomérats. Cette observation témoigne d'une structuration optimale de la suspension, assurant sa stabilité à long terme et son efficacité thérapeutique. La qualité de la dispersion reflète la réussite du processus de formulation, permettant d'atteindre les propriétés physico-chimiques souhaitées, notamment la taille des particules et la viscosité.

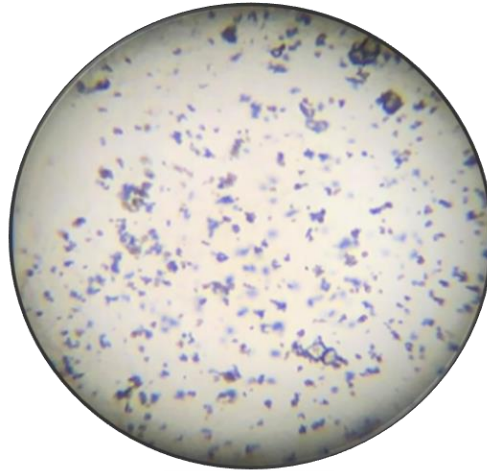


Figure 5.19 : Représente l'image microscopique dispersion du CaCO_3 dans la suspension de témoin.

La figure 5.20 montre une dispersion homogène des particules de CaCO_3 au sein de la phase continue (phase 1) semblable à la figure 1, on observe une distribution uniforme des particules, de taille similaire, sans formation d'agglomérats. Cette observation indique également une structuration optimale de la suspension, garantissant sa stabilité et son efficacité thérapeutique



Figure 5.20 : Représente l'image microscopique dispersion du CaCO_3 .

2.1- caractérisation physico-chimique

Tableau 5.19 : Propriétés physico-chimiques des suspensions pour les deux essais (Produits de référence et le CaCO_3).

Suspension	pH
Produits de témoin	8,11
CaCO_3	8,17

2.2- Caractérisation de l'activité anti reflux et formation du radeau :

Nous préparons notre milieu gastrique du $\text{pH}=1,2$ dans un bécher de 250 ml, et maintenu à une température constante de 37°C à l'aide d'un bain-marie. Il est crucial d'ajuster le niveau de l'eau dans le bain-marie pour qu'il corresponde exactement à celui de l'acide dans le bécher, afin d'assurer une homogénéité thermique. Ensuite, à l'aide d'une seringue sans aiguille, nous prélevons rapidement 20 ml de la suspension, et l'introduisons au centre du bécher. L'épaisseur du radeau formé par la suspension et sa capacité à flotter sont ensuite analysée et notées après un délai de 30 minutes. Ces observations nous permettent d'évaluer la performance et la stabilité de la suspension dans des conditions simulant l'environnement gastrique.

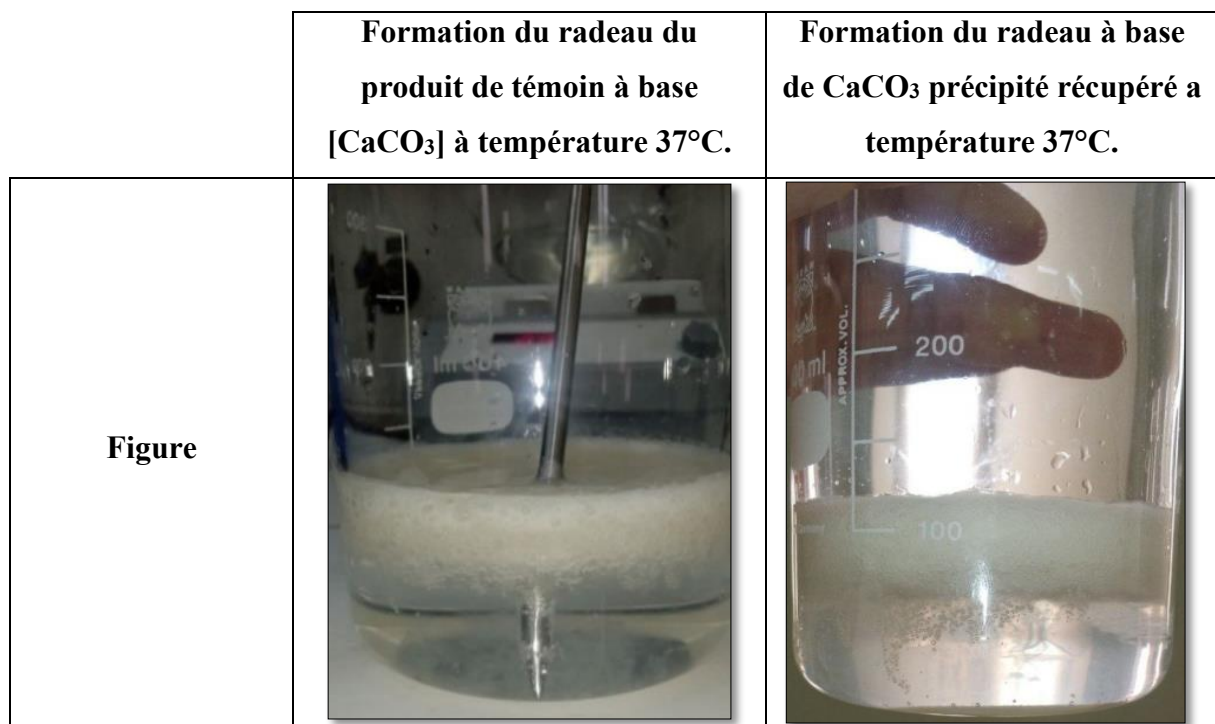


Figure 5.21 : Représentant le radeau dans les 2 suspensions.

Le tableau suivant représente les paramètres de l'activité anti-reflux :

Tableau 5.20 : Paramètres de l'activité anti reflux (Produits de témoin et le CaCO₃).

	Formation du radeau	Vitesse de formation	Flottabilité	Epaisseur (cm)	Rigidité
Produits de témoin	Présence	Immédiate	Complété	2	Rigide
CaCO₃	Présence	Immédiate	Complété	2,3	Rigide

2.3- Caractérisation rhéologique

2.3.1- Teste d'écoulement de la suspension de référence et à base de CaCO₃

Les Figure 5.22 et 5.23 illustrent les variations de la viscosité apparente des deux suspensions (la suspension de GAVISCON et celle à base de CaCO₃) en fonction de la vitesse de cisaillement. Trois zones distinctes émergent de cette analyse :

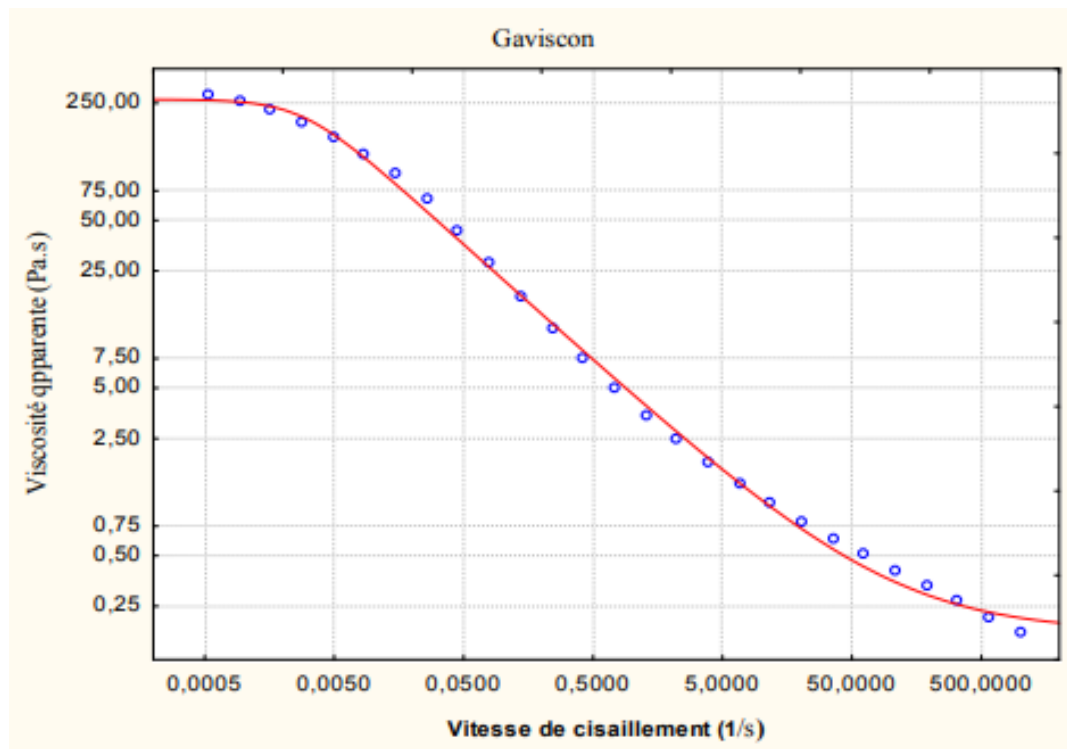


Figure 5.22 : Courbes d'écoulement de la suspension de Gaviscon.

2. **À de très faibles vitesses de cisaillement** : La viscosité reste constante, suggérant un comportement de liquide newtonien. Cette viscosité constante, observée à un taux de cisaillement nul, est symbolisée par η_0 .

3. **Au-delà d'une valeur critique de cisaillement** : La viscosité commence à décroître progressivement, indiquant un comportement de fluide rhéofluidifiant. Cette valeur critique de cisaillement, à partir de laquelle la viscosité diminue, est notée $\dot{\gamma}$.
4. **À des vitesses de cisaillement très élevées** : La viscosité cesse de diminuer et atteint à nouveau un plateau constant, caractérisé par une viscosité non newtonienne, symbolisée par η_{∞} .

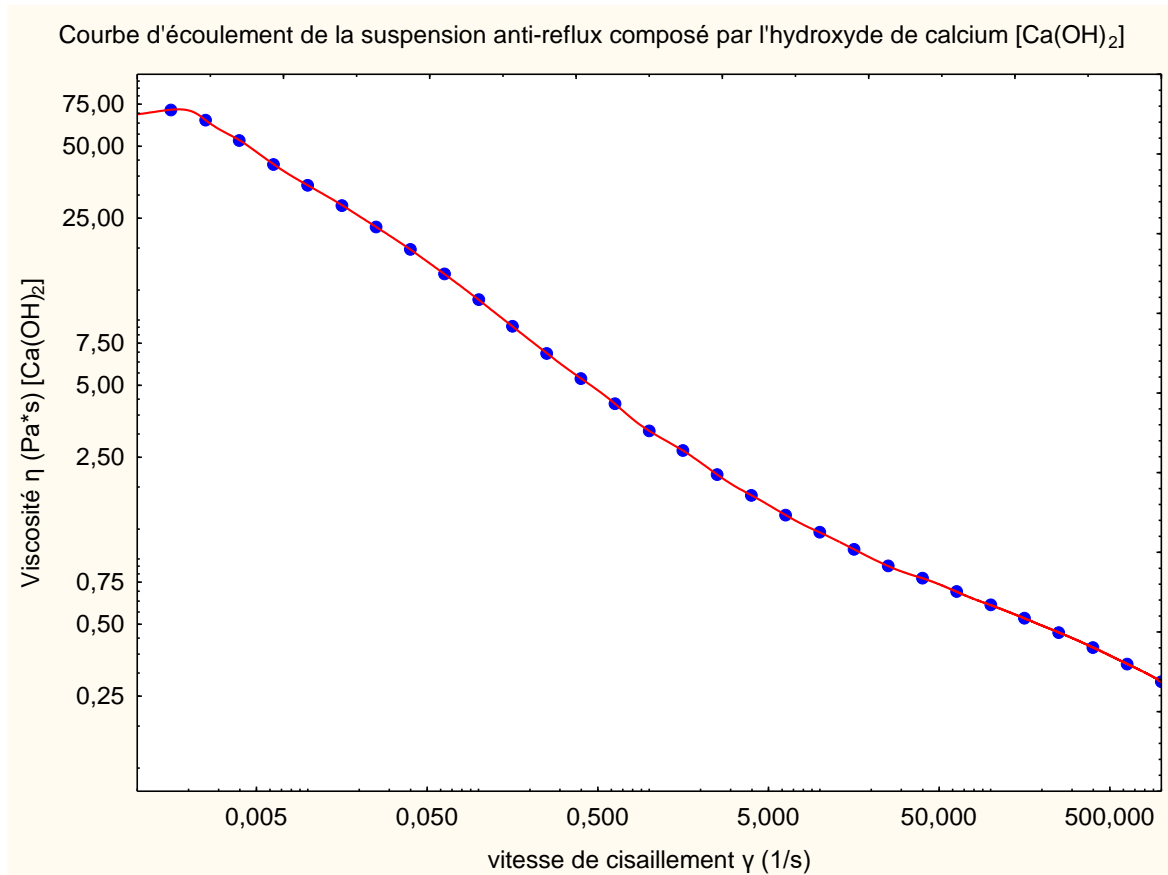


Figure 5.23 : Courbes d'écoulement de la suspension à base CaCO₃ précipité.

Ces observations permettent de conclure que les deux suspensions présentent des profils de comportement rhéologique similaires, avec des courbes d'écoulement quasiment identiques. Cela suggère que la substitution du carbonate de calcium par le CaCO₃ précipité n'affecte pas significativement la réponse viscoélastique des suspensions aux variations de la vitesse de cisaillement, et que les deux formulations ont des propriétés rhéologiques comparables.

2.3.2- Test de viscoélasticité du radeau formé

Dans les Figures 5.24 et 5.25, on observe l'évolution des deux modules de conservation G' et de perte G'' en fonction de la déformation de cisaillement pour la suspension de Gaviscon et celle à base de CaCO_3 précipité.

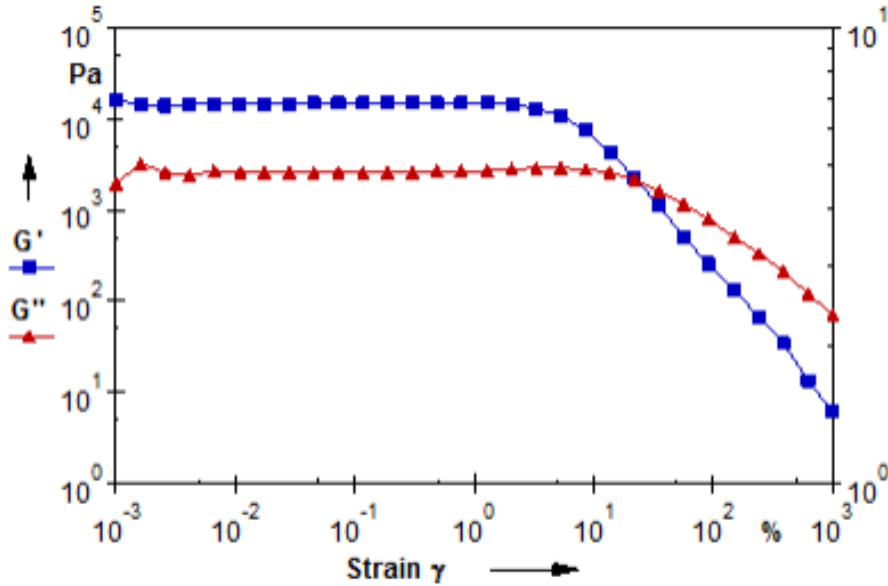


Figure 5.24 : Comportement viscoélastique de la suspension de Gaviscon.

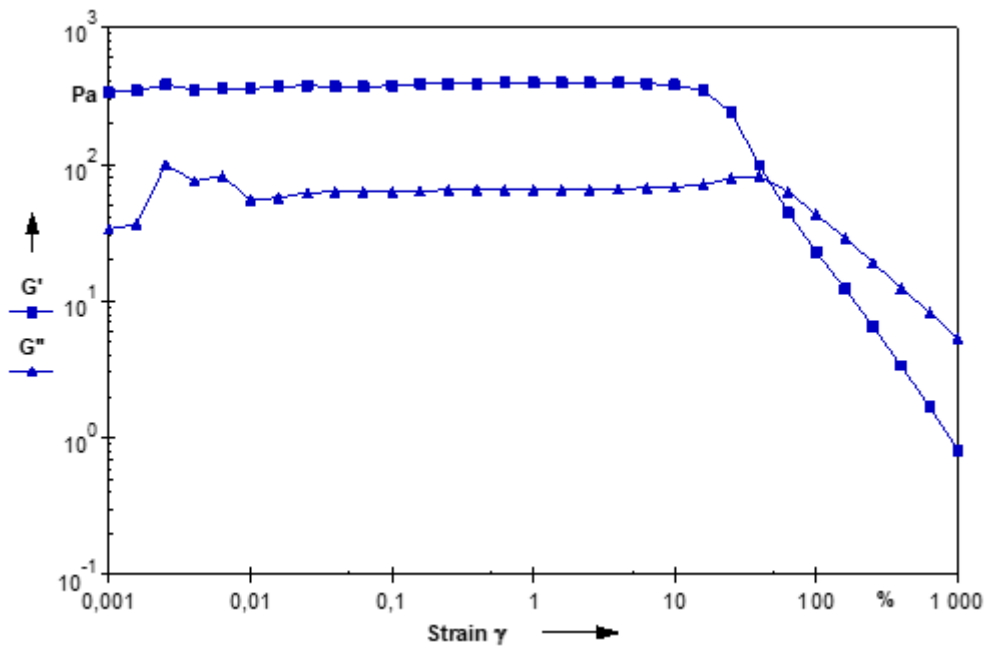


Figure 5.25 : Comportement viscoélastique de la suspension à base de CaCO_3 précipité.

Aux faibles déformations, les modules de conservation (G') et de perte (G'') pour les deux essais restent constants, indiquant le domaine de la viscoélasticité linéaire. Dans cette

plage, le matériau présente un comportement viscoélastique où les déformations enregistrées sont entièrement récupérables.

Lorsque la déformation dépasse une certaine valeur critique, le module de conservation G' commence à diminuer et croise le module de perte G'' au point de gel. À ce stade, le comportement du matériau change pour devenir celui d'un liquide plastique, ce qui signifie que les déformations ne sont plus réversibles. En d'autres termes, si l'expérience est répétée, les valeurs obtenues ne seront plus les mêmes. Ce point de gel est associé à une valeur de contrainte seuil, au-dessous de laquelle le matériau se comporte de manière élastique et au-dessus de laquelle il adopte un comportement plastique.

Nous concluons que les deux essais montrent le même comportement viscoélastique, avec des modules de conservation et de perte similaires à travers les différentes phases de déformation, démontrant une réponse matérielle comparable sous contraintes similaires

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail est au cœur de la pharmacie industrielle, il consiste en la production du carbonate de calcium grade pharmaceutique pour l'inclure dans les médicaments en tant que principe actif ou beaucoup plus excipient

Au terme de cette étude, les points suivants ont été soulevés :

Le carbonate de calcium d'origine Algérienne présente une grande pureté mais l'existence de certaines substances même en très faibles quantités constitue un obstacle pour son utilisation dans le domaine pharmaceutique comme exigé par la pharmacopée Européenne.

Les deux étapes dans le processus de production du carbonate de calcium précipité se sont très bien déroulées. C'est ainsi Pour la calcination, deux optimisations ont été testées :

- **Première optimisation** : Un temps de calcination de 30 minutes à une température de 1050°C, ce qui a permis de gagner du temps, d'augmenter la productivité et d'améliorer la qualité du produit.
- **Deuxième optimisation** : Un temps de calcination de 1 heure à une température de 1000°C, ce qui a déterminé une température optimale pour un rendement satisfaisant en CaO. Bien que le processus soit plus long, il réduit les coûts énergétiques et améliore la productivité ainsi que la qualité du produit.
- **La troisième optimisation** a consisté à déterminer le temps optimal de calcination en maintenant une température de 1000°C et en variant le temps de 30 à 70 minutes. Le temps optimal de 60 minutes a été identifié, permettant d'obtenir un pourcentage élevé de CaO tout en minimisant les pertes au feu.

Pour l'hydratation, elle comporte aussi trois optimisations :

- **Première optimisation** : Avec un temps de calcination de 30 minutes et à la température de 1050°C, nous avons observé que le rapport eau/chaux de 3:1 a donné les meilleurs rendements. Cela a confirmé que la température optimale de calcination est cruciale pour l'hydratation de la chaux vive, et que le rapport eau/chaux vive de 3:1 est le plus fiable pour obtenir des rendements élevés.
- **Deuxième optimisation** : Pour un temps de calcination de 1 heure, le rapport eau/chaux vive de 5:1 a donné un bon rendement d'hydratation. La température optimale est 1000°C

- **Troisième optimisation** : Le temps d'agitation est un facteur clé pour obtenir un rendement d'hydratation optimal. Un rapport eau/chaux vive de 5:1 avec un temps d'agitation de 25 minutes a permis d'atteindre un rendement d'hydratation élevé et une augmentation de poids conforme aux exigences souhaitées.

La troisième étape n'a pas pu être achevée en raison du manque de temps et de moyens. Les essais préliminaires ont pu confirmer que les deux étapes ont pu réduire certaines impuretés telles que le chlore (Cl), le potassium (K), le cérium (Ce) et le samarium (Sm) ont été soit considérablement réduits, soit entièrement éliminés, suite aux analyses par DRX et XRF

Les essais de formulations de suspensions anti-reflux ont donné des résultats qui mettent en évidence une formation réussie du radeau à partir de la suspension contenant de l'hydroxyde de calcium. Cette observation confirme de manière concluante que certaines parties de notre échantillon ont effectivement subi une transformation en carbonate de calcium (CaCO_3). Cette transformation est essentielle dans le processus de formation du radeau, car elle est directement liée à l'implication des ions de calcium issus des réactions entre l'acide chlorhydrique (HCl) et l'hydroxyde de calcium, ainsi qu'entre l'HCl et le carbonate de calcium en présence d'alginate de sodium.

De manière complémentaire, le dioxyde de carbone (CO_2) émis lors de la réaction du carbonate de calcium joue un rôle significatif dans la création du radeau. Le (CO_2) libéré contribue à la formation de bulles d'air qui sont emprisonnées dans la structure du radeau. Ces bulles d'air, résultant de la décomposition du carbonate de calcium, agissent comme des flotteurs, permettant ainsi au radeau de flotter vers le haut.

Il serait intéressant de creuser plus pour réussir la dernière étape, comme perspectives, il serait intéressant d'ajouter des catalyseurs dans la réaction de carbonisation.

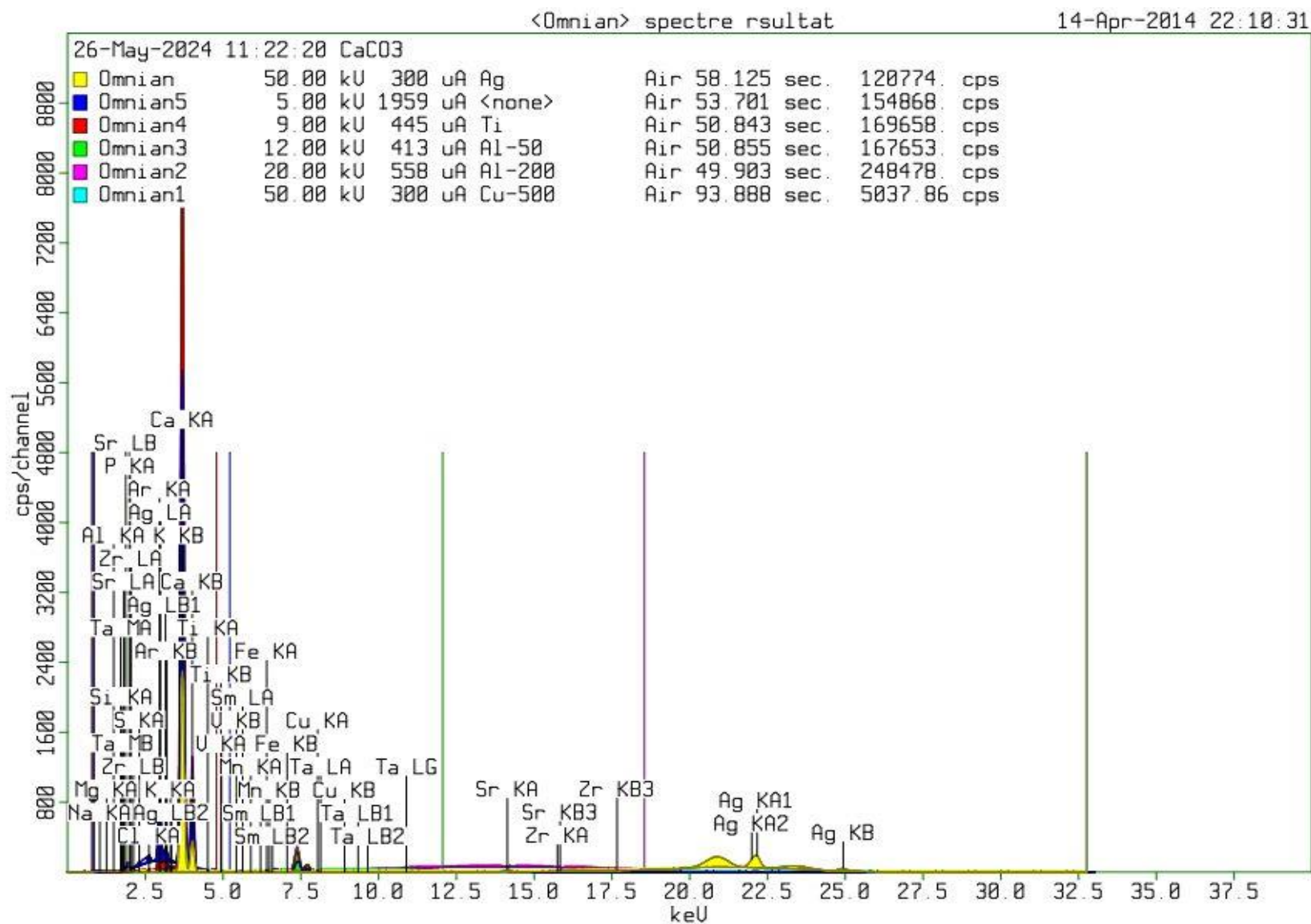


Figure 6.1 : Graphe du Spectre de Fluorescence X (XRF) du Carbonate de Calcium (CaCO₃) et Analyse des Impuretés.

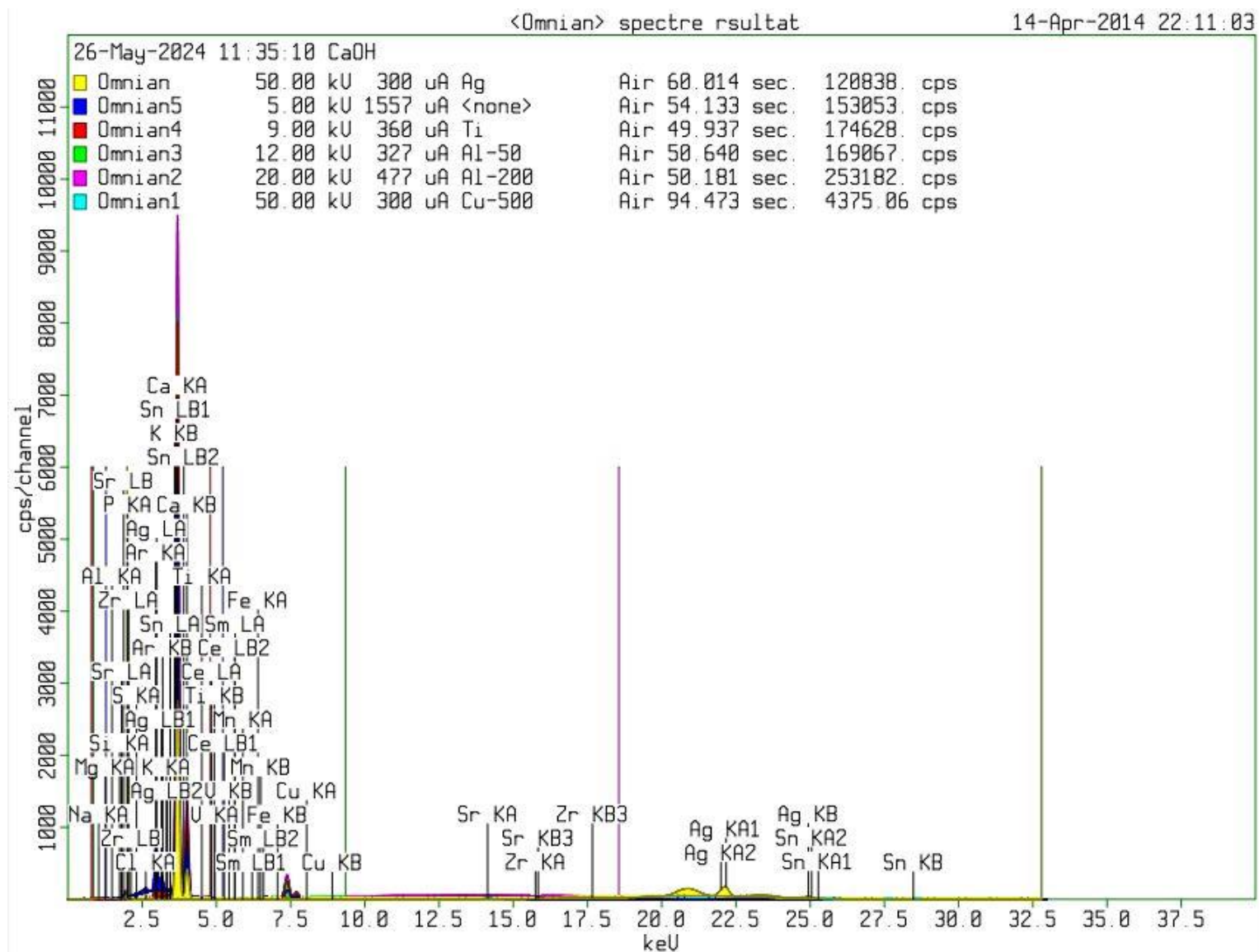


Figure 6.2 : Graphe du Spectre de Fluorescence X (XRF) de l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂) et Analyse des Impuretés.

Les références bibliographiques

- [1] : PCC Group. (2022, 25 mai). Qu& # 8217 ; est-ce que le carbonate de calcium et à quoi sert-il ? PCC Group Product Portal. <https://www.products.pcc.eu/fr/blog/quest-ce-que-le-carbonate-de-calcium-et-a-quoi-sert-il/>
- [2] : Omari, M. M. H. A., Rashid, I., Qinna, N. A., Jaber, A. M. Y., & Badwan, A. A. (2016). Calcium carbonate.
- [3] : Handbook of Pharmaceutical Excipients by Raymond C, Paul J. Shesky, Marian E. Quinn Published Originally 2009.
- [4] : Erdoğan, N., & Eken, H. A. (2016). Precipitated calcium carbonate production, synthesis and properties. *Physicochemical Problems Of Mineral Processing*, 53(1), 57-68.
- [5] : Oates, T. (2002). Lime and Limestone. *Kirk-Othmer Encyclopedia Of Chemical Technology*.
- [6] : Mimran, Y. (1977). Chalk deformation and large-scale migration of calcium carbonate. *Sedimentology*, 24(3),
- [7] : Oates, J. A. H. (1998). Lime and Limestone. In Wiley-VCH.
- [8] : Chorney, J. L. (2019). Calcination. In *SME Mineral Processing & Extractive Metallurgy Handbook* (pp. 1445–1452).
- [9] : Boateng, A. (2013). Rotary Kilns Transport Phenomena and Transport Processes.
- [10] : Kumar, G. S., Ramakrishnan, A., & Hung, Y.-T. (2007). Lime Calcination. *ChemInform*, 38(24).
- [11] : Boynton, R. S. (1980). *Chemistry and Technology of Lime and Limestone* (& J. W. & Sons (eds.)).
- [12] : Alpa. (2023, août 4). 7 types de carbonate de calcium couramment utilisés dans l'industrie papetière. ALPA Powder Technology. <https://www.alpapowder.com/fr/128028/>
- [13] : CARBONATE DE CALCIUM - Ataman kimya. (s. d.). Ataman Kimya. https://www.atamanchemicals.com/calcium-carbonate_u26258/?lang=FR

[14] : Les médicaments de l'ostéoporose - VIDAL. (s. d.). VIDAL.
<https://www.vidal.fr/maladies/appareil-locomoteur/osteoporose/medicament.html>

[15] : Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent, ANSM, Pharmacopée française 1983.

[16] : Banker, G. S., & Anderson, N. R. (Eds.). (1986). "Pharmaceutical Dosage Forms : Disperse Systems." Vol. 1. New York : Marcel Dekker, Inc.

[17] : Allen Jr, L. V., & Popovich, N. G. (2003). "Ansel's Pharmaceutical Dosage Forms and Drug Delivery Systems." 8th Edition. Lippincott Williams & Wilkins.

[18] : Rowe, R. C., Sheskey, P. J., Owen, S. C., & American Pharmacists Association. (2009). "Handbook of Pharmaceutical Excipients." 6th Edition. London : Pharmaceutical Press.

[19] : Florence, A. T., & Attwood, D. (2016). "Physicochemical Principles of Pharmacy." 6th Edition. Pharmaceutical Press.

[20] : Aulton, M. E., & Taylor, K. M. G. (2017). "Aulton's Pharmaceutics: The Design and Manufacture of Medicines." 5th Edition. Churchill Livingstone.

[21] : Smith, J., & Johnson, A. (2022). "Formulation and Pharmaceutical Applications of Oral Liquid Suspensions." Journal of Pharmaceutical Sciences, 30(2), 123-135.

[22] : GAVISCON - VIDAL. (2024, 21 février). VIDAL.
<https://www.vidal.fr/medicaments/gammes/gaviscon-4057.html>

[23] : Pharmaceutical Dosage Forms : Disperse Systems, Vol. 1 par Banker et Anderson (1986)

[24] : Remington : The Science and Practice of Pharmacy, 23rd Edition par Gennaro et al. (2023)

[25] : Jimoh, O. A., Ariffin, K. S., Hussin, H., & Temitope, A. E. (2017). Synthesis of precipitated calcium carbonate.

[26] : Ramakrishna, C., Thriveni, T., & Ahn, J. W. (2017). A Brief review of Aragonite Precipitated Calcium Carbonate