## UNIVERSITE DU QUEBEC

## MEMOIRE

# PRESENTE A L'UNIVERSITE DU QUEBEC A CHICOUTIMI COMME EXIGENCE PARTIELLE DE LA MAITRISE EN SCIENCES DE LA TERRE

PAR

## MICHEL TREMBLAY

### diplome B. Sc. (géologie)

ETUDE DE L'HETEROGENEITE DU GISEMENT DE KAOLIN DE CHATEAU-RICHER ET DE SON INCIDENCE SUR LES PROPRIETES DES MOUSSES D'ARGILE.

JANVIER 1986



# Mise en garde/Advice

Afin de rendre accessible au plus grand nombre le résultat des travaux de recherche menés par ses étudiants gradués et dans l'esprit des règles qui régissent le dépôt et la diffusion des mémoires et thèses produits dans cette Institution. Québec l'Université du à Chicoutimi (UOAC) est fière de accessible rendre une version complète et gratuite de cette œuvre.

Motivated by a desire to make the results of its graduate students' research accessible to all, and in accordance with the rules governing the acceptation and diffusion of dissertations and theses in this Institution. the Université du à Ouébec Chicoutimi (UQAC) is proud to make a complete version of this work available at no cost to the reader

L'auteur conserve néanmoins la propriété du droit d'auteur qui protège ce mémoire ou cette thèse. Ni le mémoire ou la thèse ni des extraits substantiels de ceux-ci ne peuvent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation. The author retains ownership of the copyright of this dissertation or thesis. Neither the dissertation or thesis, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

#### RESUME

De tous les matériels argileux essayés par le Centre de Recherche Industrielle du Québec (CRIQ) pour la fabrication de mousses d'argile, celui du gisement de kaolin de Château-Richer (près de la ville de Québec) constitue le matériel offrant le plus d'avenir. Cependant, ce gisement est hétérogène. La kaolinisation d'une anorthosite sous l'effet du météorisme à travers des fractures verticales est responsable de ce phénomène.

De façon à mesurer l'ampleur de cette hétérogénéité, nous avons réalisé un échantillonnage systématique des fronts de tailles des deux carrières ayant déjà fait l'objet d'une exploitation. L'analyse des échantillons, au moyen de la technique de diffraction des rayons-X, a permis d'établir les limites de la kaolinisation entre 3 et 57% de kaolinite et la moyenne des carrières à 20%. De plus, cette étude démontre que la fraction argileuse est confinée d'avantage dans les fractions situées entre 2 et 38 microns que dans les fractions inférieures à 2 microns, comme le définit la pratique.

Des courbes granulo-minéralogiques, issues de cette analyse, permettent d'envisager un tamisage sélectif dont le but serait d'enrichir le matériel en kaolinite et d'éliminer ainsi une partie des minéraux indésirables, tels que les ferro-magnésiens responsables de la coloration du produit.

Des essais de moussage, de séchage et de cuisson à diverses températures, d'échantillons représentatifs des variations minéralogiques rencontrées, ont démontré que tout le matériel des carrières pouvaient servir à la fabrication de mousses, mais qu'un matériel contenant environ 23% de kaolinite et 77% d'andésine - ce qui approche la moyenne des carrières - est susceptible de fournir les meilleures performances au niveau de la résistance mécanique en compression, en regard d'autres caractéristiques telles que la densité et le retrait.

Ces essais ont par ailleurs permis de développer un procédé de fabrication qui ouvre des perspectives intéressantes quant à l'utilisation d'autres matériels argileux pour la fabrication de mousses d'argile. Toutefois, les résultats de cette étude tendent à démontrer qu'une argile kaolinique se révèle de loin le meilleur matériel à employer. Dans l'optique d'une éventuelle exploitation du gisement de Château-Richer, la teneur en kaolinite du matériel miné peut à toute rigueur être évaluée aisément sur place grâce au test de la tache au bleu de méthylène. Ce test permet de sélectionner le matériel acheminé à l'usine de concentration et de constituer des lots qui, une fois homogénéisés, alimenteront en matériel de teneur voulue l'usine de fabrication des mousses d'argile.

# TABLE DES MATIERES

paqe

iv

RESUME.	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	ii
TABLE (	DES MATIERES	iv
LISTE D	DES TABLEAUX	vii
LISTE C	DES FIGURES	iii
REMERCI	EMENTS ×	iii
L. INT	RODUCTION	1
1.1	Le produit	1
1.2	2 Historique	2
1.3	Objectifs de l'étude	4
1.4	Methodologie	4
	1.4.1 Analyse de l'hétérogénéité du gisement 1.4.2 Analyse des effets de l'hétérogénéité	4
	sur la fabrication des mousses	7
2. CON	ITEXTE GEOLOGIQUE	9
2.1	Localisation	9
2.2	Géologie régionale	9
2.3	Géologie locale	11
2.4	Réserves,,.,.,.,	16
3. ETU	DE DE L'HETEROGENEITE DU GISEMENT	19
3.1	Première approche	19
3.2	Echantillonnage	21

	3.2.1 Carrière no. l 3.2.2 Carrière no. 2 3.2.3 Autres échantillons	22 22 24
3.3	Traitement des échantillons	24
	3.3.1 Echantillons traités à l'usine-pilote 3.3.2 Echantillons traités au CRIQ	24 25
	3.3.2.1 Désagrégation au Mix-Muller 3.3.2.2 Défloculation	25 28
3.4	Analyse granulométrique	29
3.5	Analyse minéralogique	30
	3.5.l Analyse des fractions supérieures à 38 μ. 3.5.2 Analyse des fractions inférieures à 38 μ.	30 31
	<ul> <li>3.5.2.1 Identification des phases minérales en présence</li></ul>	36 43 50 56 57 59 59 63
3.6	Résultats de l'analyse granulo-minéralogique	65
	3.6.1 Courbes granulo-minéralogiques 3.6.2 Profils en kaolin des carrières	65 71
3.7	Modification minéralogique par tamisage	73
3.8	Determination rapide de la teneur du sol en kaolin	80

# <u>paqe</u>

		3.8.1 L'adsorption de bla 3.8.2 Perte au feu 3.8.3 Teneur en particula 3.8.4 Résultats et choix	eu de méthylène es fines de la méthode	81 83 83 83
4.	EFFE SUR	ET DE L'HETEROGENEITE DU GIS LA MOUSSE D'ARGILE	GEMENT	89
	4.1	Choix des échantillons à m	IOUSSET	90
	4.2	Traitement des échantillor	15	91
	4.3	Formulation	••••••	91
	4.4	Procédé de moussage	••••••	92
	4.5	Séchage	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	93
		4.5.l Procédé de séchage. 4.5.2 Résultats du séchag	e	93 95
	4.6	Cuisson	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	96
	·	4.6.l Procédé de cuisson. 4.6.2 Résultats de cuisso		96 96
5. 0	CONCL	_USION	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	111
REFE	ERENC	CE S		115
ANNE	XE 1	Défloculation et dispers	ion du matériel	117
ANNE	XE 2	2 Méthode de séparation de inférieures à 38 microns sédimentation	s particules (400M) par	119
ANNE	XE 3	6 Courbes granulo-minéralo échantillons	giques des 	125
ANNE	XE 4	Mode opératoire de l'ess méthylène	ai au bleu <b>de</b>	147

# LISTE DES TABLEAUX

# paqe

TABLEAU	1	Valeurs des intensités de diffraction (aire sous le pic) des mélanges binai- res kaolinite-andésine de la courbe d'étalonnage	60
TABLEAU	2	Teneurs (%) en kaolinite des échantillons pour leurs différentes fractions granulo- métriques inférieures à 38 microns, telles que déterminées par la diffraction des rayons-X	64
TABLEAU	3	Identification et importance des minéraux dans les échantillons	66
TABLEAU	4	Effet du tamisage (45M) sur la minéralogie et la récupération du matériel des carrières	75
TABLEAU	5	Effet du tamisage (100M et 200M) sur la minéralogie et la récupération du matériel des carrières	76
TABLEAU	6	Corrélation entre la teneur en kaolinite des échantillons et l'adsorption de bleu de méthylène, la perte au feu et la classe granulométrique	84
TABLEAU	7	Caractéristiques physiques des mousses séchées	97
TABLEAU	8	Résultats de cuisson	98

. .

# LISTE DES FIGURES

FIGURE 1	<ul> <li>Organigramme montrant la méthodologie uti- lisée dans:</li> <li>1- la mesure de l'hétérogénéité du gise- ment par l'obtention des courbes granulo- minéralogiques des échantillons;</li> <li>2- la mesure des effets de cette hétéro- généité par l'analyse des propriétés physiques des mousses fabriquées à par- tir d'échantillons représentatifs</li> </ul>	5
FIGURE 2	Représentation des diverses méthodes d'analyses granulométriques et minéralogi- ques conduisant à l'obtention des courbes granulo-minéralogiques	8
FIGURE 3	Localisation du gisement de kaolin de Château- Richer	10
FIGURE 4	Plan des carrières no. l et no. 2 du gisement de kaolin et emplacements des échantillons	12
FIGURE 5	Photographie au microscope polarisant d'un échantillon d'anorthosite de Château-Richer	14
FIGURE 6	Profil des carrières montrant la locali- sation des échantillons. L'endroit corres- pondant au no. 7 n'a pu être échantillonné	23
FIGURE 7	Photographie du mélangeur à céramique Mix- Muller Simpson du CRIQ	27
FIGURE 8	Image photomicroscopique de bâtonnets de pyrophosphate de calcium réunis en beignets dans l'échantillon CR-6h, fraction < 2 microns (x 100)	33
FIGURE 9	Image photomicroscopique de bâtonnets de pyrophosphate de calcium réunis en beignets dans l'échantillon CR-6h, fraction < 2 microns (x l 000)	34

-

.

<u>paqe</u>

-

.

FIGURE 10	Image photomicroscopique de bâtonnets de pyrophosphate de calcium réunis en beignets dans l'échantillon CR-6h, fraction < 2 microns	
	(x 5 700)	35
FIGURË 11	Diagramme typique de diffraction des rayons-X dans les fractions fines d'un échantillon de kaolin, CR-11 (2 à 3.6 microns)	37
FIGURE 12	Image photomicroscopique de plaquettes de kaolinite, échantillon CR-6h (< 2 microns), (x 10 000)	39
FIGURE 13	Image photomicroscopique de plaquettes de kaolinite, échantillon CR-6h (< 2 microns), (x 4 500)	40
FIGURE 14	Image photomicroscopique de plaquettes de kaolinite, échantillon CR-6h (< 2 microns), (x 1 000)	41
FIGURE 15	Présence de phosphates dans un échantillon de kaolin; diagramme de diffraction des rayons-X de CR-8 (< 2 microns)	42
FIGURE 16	Effet du traitement d'un échantillon au HCl (50%) sur la disparition des pics de pyrophosphate, CR-5h (< 2 microns) a) avant l'attaque au HCl; b) après l'attaque au HCl	44
FIGURE 17	Présence de l'andésine dans un diagramme de diffraction des rayons-X d'un échantil- lon de CR-1 broyé au Mix-Muller, fraction < 2 microns	52
FIGURE 18	Présence de l'andésine dans un diagramme de diffraction des rayons-X d'un échantil- lon non broyé de CR-l, fraction < 2 microns	52
FIGURE 19	Diagramme de diffraction des rayons-X de la kaolinite standard utilisée pour l'éta- lonnage (fraction < 0.5 micron de l'échan- tillon non broyé de CR-1), dans laquelle l'andésine est totalement absente	53

.

page

# paqe

,

FIGURE	20	Diagramme de diffraction des rayons-X d'une kaolinite commerciale utilisée en céramique	54
FIGURE	21	Diagramme de diffraction des rayons-X de l'andésine standard utilisée pour l'éta- lonnage (fraction 4 à lOM de l'échantillon CR-6b)	55
FIGURE	22	Positionnement de la ligne de bruit de fond sous les pics de l'andésine et de la kaolinite du diagramme de diffraction des rayons-X de CR-5h (< 2 microns)	58
FIGURE	23	Courbes d'étalonnage de la kaolinite; chaque point est une moyenne de trois mesures dont l'écart-type est représenté par un trait vertical: a) D à 50% de kaolinite; b) 50 à 96% de kaolinite	62
FIGURE :	24	Courbe granulo-minéralogique moyenne de la carrière no. l	69
FIGURE :	25	Courbe granulo-minéralogique moyenne de la carrière no. 2	70
FIGURE 2	26	Profils de l'hétérogénéité minéralogique dans les carrières no. l et no. 2, dans lesquels la variation des teneurs en kaoli- nite des échantillons montre l'enrichisse- ment vertical	72
FIGURE 2	27	Effet d'un tamisage à 45M sur la teneur en kaolinite du matériel des carrières	77
FIGURE 2	28	Effet d'un tamisage à 100M sur la teneur en kaolinite du matériel des carrières	78
FIGURE 2	29	Effet d'un tamisage à 200M sur la teneur en kaolinite du matériel des carrières	79

page

FIGURE	30	Photographie d'un essai de tache de bleu de méthylène; le sol devient sursaturé de bleu lorsqu'une auréole bleutée sort de la tache (essai positif); la dimension réelle des taches apparait au-dessus de	
		T. GCUGITE	52
FIGURE	31	Corrélation entre la teneur en kaolinite des échantillons et leur capacité d'ad- sorption de bleu de méthylène	86
FIGURE	32	Corrélation entre la teneur en kaolinite des échantillons et la perte au feu	8 <b>6</b>
FIGURE	33	Corrélation entre la teneur en kaolinite des échantillons et la quantité de maté- riel < 200M	87
FIGURE	34	Corrélation entre la teneur en kaolinite des échantillons et la quantité de maté- riel < 20 microns	87
FIGURE	35	Photographie des briquettes de mousse d'argile fabriquée à partir de CR-l, après cuisson à différentes températures	100
FIGURE	36	Photographie des briquettes de mousse d'argile fabriquée à partir de CR-H, après cuisson à différentes températures	101
FIGURE	37	Photographie des briquettes de mousse d'argile fabriquée à partir de CR-9h, après cuisson à différentes températures	102
FIGURE	38	Photographie des briquettes de mousse d'argile fabriquée à partir de CR-6h, après cuisson à différentes températures	103
FIGURE	39	Variation dans le retrait (a), la densité (b) et la résistance mécanique en compression (c) des mousses d'argile avec la température de cuisson et la composition minéralogique	104

xi

# page

FIGURE 40	Photographie de briquettes de mousse	
	d'argile fabriquée à partir de différents	
	matériels de Château-Richer, après cuisson	
	à une température de 1 230°C	108

.

•

.

#### REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier le Centre de Recherche Industrielle du Québec (CRIQ) qui a financé ce projet en me permettant de travailler dans ses laboratoires de recherche pendant deux ans et de bénéficier des précieux conseils de M. Bernard Malric, agent de recherche et initiateur du projet, qui fait partie de mon comité de thèse et qui m'a supervisé tout au long de ce projet. Je ne veux pas oublier M. Jean Côté, technicien en céramique au CRIQ, dont j'ai pu bénéficier de l'inestimable expérience.

Je remercie particulièrement mon directeur de thèse, le professeur Jacques Carignan, qui m'a offert l'occasion de réaliser cette thèse et qui, par sa patience, a su soutenir mes efforts pendant toute la durée du projet et la rédaction de ce mémoire.

Mes remerciements vont également à M. Adam Nagy, Vice-Recteur, qui a bien voulu accepter de faire partie de mon comité de thèse.

Je tiens à souligner aussi l'appui que m'a offert M. André Chagnon de l'I.N.R.S., lequel a mis sa précieuse expérience ainsi que ses appareils de rayons-X à ma disposition.

Je ne voudrais pas passer sous silence la collaboration spéciale de M. Claude Dallaire qui a mis son talent de dessinateur pour rehausser la partie graphique de mon travail.

Enfin, je désire témoigner ma reconnaissance à toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à ce projet.

#### CHAPITRE 1

## INTRODUCTION

#### 1.1 LE PRODUIT

La mousse d'argile est un matériau céramique développé en Europe au cours des années 70 par le Centre technique des tuiles et briques de Paris.

Sa réalisation consiste à mélanger à une barbotine argileuse une certaine quantité de mousse, produite sous pression à partir d'eau et de savon. Une fois coulée dans des moules appropriés et mise à sécher, la mousse subit une cuisson céramique qui lui permet d'être utilisée comme absorbant acoustique dans des domaines d'applications très divers: salle de spectacle, bordure d'autoroute, rampe de métro, usine, etc. Cette propriété intéressante vient du fait que le son, et particulièrement celui des basses fréquences, est piégé à l'intérieur des pores de la mousse qui en caractérisent la structure.

C'est en désirant trouver de nouveaux marchés céramiques pour une argile kaolinique située à Château-Richer, près de la ville de Québec, que le Centre de recherche industrielle du Québec (CRIQ) s'est intéressé à ce matériel pour la fabrication de mousse d'argile.

#### 1.2 <u>HISTORIQUE</u>

Le gisement de kaolin de Château-Richer est connu depuis 1938, mais aucune utilisation rentable n'avait été trouvée pour écouler ce matériel. Au début des années 60, la compagnie Québec Clay Mining Ltée a exploité ce gisement pour faire de la brique commerciale. L'hospice St-Antoine de Québec fut érigé avec des briques fabriquées à partir de l'argile de Château-Richer, à laquelle était ajoutée 60% de Ball Clay pour en améliorer la composition. Dans la fabrication conventionnelle de briques destinées au parement des bâtiments, le matériel ordinairement employé est de nature constante, ce qui assure l'homogénéité dans la couleur des murs construits.

Le gisement de Château-Richer est hétérogène. Pour cette raison, la compagnie Québec Clay s'est vu contrainte de fermer ses portes, quelques mois seulement après le débuts de ses opérations, après que les clients eurent constaté un changement de couleur de son produit, causé par une variation importante dans la composition minéralogique du matériel. La présence de minéraux ferrugineux en particulier rend ce gisement techniquement

inexploitable pour le marché de la brique.

Cette hétérogénéité du gisement est attribuable au processus même de formation du gîte qui résulte de la transformation d'une anorthosite en kaolinite sous l'action météorique à travers des fractures verticales (Cimon, 1969). Le degré d'altération varie donc à courte échelle, ce qui produit un matériel dont la composition minéralogique, essentiellement de l'andésine et de la kaolinite, change brutalement sur quelques mètres.

D'après des essais préliminaires, la mousse d'argile, au contraire d'autres produits céramiques, peut accepter une large variation dans la composition de la matière première servant à sa fabrication, sans modification apparente de ses propriétés physiques. Le changement le plus visible se situe au niveau de la couleur du produit, ce qui n'est pas un désavantage dans les domaines d'utilisation envisagés.

Afin d'étudier l'hétérogénéité du matériel et de mesurer ses effets sur les propriétés des mousses d'argile, le Centre de Recherche Industrielle du Québec a fait appel à l'auteur dans le cadre d'un projet interne visant la promotion de nouveaux produits.

#### 1.3 OBJECTIFS DE L'ETUDE

L'étude vise deux objectifs principaux. Le premier objectif consiste à évaluer les variations rencontrées dans la composition minéralogique du matériel dans le gisement. Deux sous-objectifs en découlent: d'abord définir les limites de la kaolinisation de l'anorthosite, c'est-à-dire trouver les contenus extrêmes en kaolin susceptibles d'être rencontrés, puis situer sur le terrain les diverses zones résultant de cette hétérogénéité afin de délimiter celles qui seraient exploitables.

Le deuxième objectif est de mesurer les effets produits par un changement dans la composition minéralogique du matériel sur les propriétés physiques des mousses d'argile.

#### 1.4 METHODOLOGIE

La méthodologie utilisée afin de rencontrer les deux objectifs de l'étude se reflète dans l'organigramme de la figure l.

#### 1.4.1 Analyse de l'hétérogénéité du gisement

Pour mesurer l'hétérogénéité du matériel dans le gisement, il s'agit de procéder à un échantillonnage systématique des deux



Figure 1 Organigramme montrant la méthodologie utilisée dans: 1- la mesure de l'hétérogénéité du gisement par

- l'obtention des courbes granulo-minéralogiques des échantillons;
- 2- la mesure des éffets de cette hétérogénéité par l'analyse des propriétés physiques des mousses fabriquées à partir d'échantillons représentatifs

carrières et d'effectuer des analyses granulométriques et minéralogiques des échantillons recueillis. A partir de ces analyses, des courbes granulo-minéralogiques sont construites et permettent ainsi de projeter une image de l'intensité de la kaolinisation de l'anorthosite. Cette image peut par la suite être modifiée à volonté en procédant, sur ces courbes, à des tamisages sélectifs, ce qui a pour effet de modifier les teneurs des échantillons sur les profils des carrières et d'augmenter ainsi la quantité de matériel exploitable.

L'analyse granulométrique est réalisée selon deux méthodes: par tamisage pour la fraction des échantillons supérieure à 38 microns (tamis de 400 M) et par sédimentométrie pour les particules plus fines que 38 microns.

L'analyse minéralogique des fractions séparées est obtenue par identification des minéraux en utilisant la diffraction des rayons-X. La proportion des minéraux, dans les fractions tamisées, est estimée visuellement à l'aide d'une loupe binoculaire. Pour les fractions sédimentées, la finesse des particules exclut l'évaluation visuelle. Il s'agit alors de procéder à une analyse semi-quantitative par la méthode de la diffraction des rayons-X en utilisant la technique de l'étalon interne.

La figure 2 schématise les différentes étapes des analyses minéralogiques et granulométriques des échantilons, ce qui permet d'obtenir par la suite les courbes granulominéralogiques.

# 1.4.2 <u>Analyse des effets de l'hétérogénéité sur la fabrication</u> des mousses

Pour mesurer les effets de l'hétérogénéité du matériel sur la fabrication et les propriétés physiques des mousses d'argile, il s'agit de sélectionner des échantillons représentatifs des variations rencontrées et par la suite de procéder à des essais de moussage, séchage et cuisson à diverses températures.

Les propriétés physiques, telles que la couleur, la densité, la dureté, le retrait après cuisson et la résistance mécanique sont évaluées pour chaque échantillon à chacune des températures de cuisson dans le but de tester le procédé de fabrication et de choisir le matériel optimal pour l'obtention des mousses d'argile.



Figure 2 Représentation des diverses méthodes d'analyses granulométriques et minéralogiques conduisant à l'obtention des courbes granulo-minéralogiques

#### CHAPITRE 2

#### CONTEXTE GEOLOGIQUE

#### 2.1 LOCALISATION

Le gisement de kaolin se situe dans la Seigneurie de Beaupré, comté de Montmorency, à 10 Km au nord de la ville de Château-Richer. On s'y rend en empruntant le boulevard Ste-Anne vers l'est, sur une distance de 24 Km à partir de Québec (figure 3).

Le chemin d'accès au gisement, financé en partie par le Ministère des Richesses Naturelles de l'époque pour le transport du minerai, est relié à l'ancienne route 15b qui longe la Côte de Beaupré, au niveau de Lemoine.

#### 2.2 GEOLOGIE REGIONALE

La région est couverte de roches d'âge précambrien qui sont séparées des formations paléozoiques des Basses Terres du St-Laurent par un escarpement d'orientation est-ouest (figure 3). Ces roches font partie d'un complexe charnockitique dans lequel se localise un amas allongé d'anorthosite de direction



Figure 3 Localisation du gisement de kaolin de Château-Richer

générale nord-est-sud-ouest.

Le gisement affleure sur une distance de 300 mètres aux abords de la rivière Laval, dans la limite nord du massif d'anorthosite, tout près du contact avec les roches charnockitiques. Sabourin (1973) a relevé en bordure du massif deux systèmes de diaclases particulièrement développés, l'un à direction nord-est avec pendage vers le sud-est et l'autre à direction nord-ouest avec pendage variant du sud-ouest au nord-est. Ces systèmes pourraient bien être à l'origine du phénomène de kaolinisation de l'anorthosite.

#### 2.3 GEOLOGIE LOCALE

La figure 4 montre l'étendue des deux carrières lors de l'exploitation du gisement par la compagnie Québec Clay Mining.

Aujourd'hui, les principales routes d'accès direct aux carrières ont presque totalement disparues, la végétation recouvrant le site en majeure partie. Une faible étendue, située à l'est de la carrière no. l, est encore décapée et laisse deviner une ancienne activité minière. C'est un replat blanchâtre, accroché au versant nord de la vallée formée par la rivière Laval. Ce replat, d'une largeur de 25 mètres, ne dépasse pas huit mètres de hauteur, avec une pente variant de 35 à 45°. Il se compose



.

Figure 4 Plan des carrières no. l et no. 2 du gisement de kaolin et emplacements des échantillons

de matériel kaolinisé de couleur beige et d'aspect sablonneux, dans lequel se retrouve de l'anorthosite fraîche en blocs ou zones massives d'épaisseur variable.

L'analyse pétrographique de cette anorthosite (figure 5) révèle un assemblage à texture en mosaique des grains de plagioclase dont la dimension se situe autour de 0.5 mm. Les phénocristaux de plagioclase sont peu abondants et occupent moins de 1% de la roche. Ils n'excèdent généralement pas plus de 5 mm en longueur. Une foliation peu marquée est créée par la présence en plages irrégulières de minéraux opaques accompagnés de biotite. L'altération se manifeste par la transformation des feldspaths en mica et kaolinite, d'abord au niveau de fines craquelures dans la roche puis en se propageant dans les clivages et plans de macle des plagioclases.

Dans l'escarpement situé à 12 mètres plus à l'est du replat de la carrière no. l, là où a probablement débuté l'exploitation, l'anorthosite est beaucoup plus kaolinisée, blanche et traversée de petits filonets brûnatres de minéraux ferrugineux. A cet endroit, la zone kaolinisée est surmontée d'une mince couche d'argile plastique jaune, hygroscopique, sans structure apparente, et souillée d'hydroxyde de fer. Son contenu en argile serait élevé.



Figure 5 Photographie au microscope polarisant d'un échantillon d'anorthosite de Château-Richer La carrière no. 1 est recouverte par un till d'une épaisseur moyenne de six mètres. L'orientation particulière de la vallée par rapport à l'écoulement des glaces a préservé ce gisement de l'érosion. Ce till n'a pas été observé au-dessus de la carrière no. 2 suite au décapage du sommet de cette carrière précédant l'exploitation. Cette activité a laissé une face de 30 à 38° de pente d'est en ouest, d'une hauteur de 15 mètres à partir de la rivière et d'une largeur d'environ 25 mètres.

Dans la partie supérieure de la carrière no. 2, la roche mère est visible et consiste en une anorthosite kaolinique dont la structure primaire, parfaitement conservée, laisse encore entrevoir la foliation autrefois créée par l'orientation des minéraux ferro-magnésiens. Cette roche peut se débiter facilement en morceaux à cassures franches, mais se désagrège à la moindre pression. Près du sommet, une lentille subverticale d'ilménite, d'une épaisseur de quelques centimètres, tranche avec la blancheur de la face de kaolin, entrecoupée de lacets roses de pegmatites.

La partie inférieure de cette carrière est recouverte par environ un mètre de mort-terrain en provenance du sommet. La roche-mère ressemble au matériel de la partie supérieure mais diffère par une kaolinisation plus faible qui a laissé par endroit des lambeaux d'anorthosite massive. A l'extrémité est,

le sol se distingue particulièrement par sa richesse en minéraux micacés.

#### 2.4 <u>RESERVES</u>

Ayant acquis les droits d'exploitation du gisement de kaolin de Château-Richer, la compagnie Québec Clay entreprend en 1960 un programme de mise en valeur, basé sur un relevé de résistivité électrique, visant à délimiter l'étendue de l'argile. L'ingénieur chargé des travaux estime globalement les réserves à 1 909 091 T.M. de minerai sec contenant 18% d'argile kaolinique (Girard, 1960).

Au début de 1962, après quelques mois d'opération pendant lesquels la compagnie tente d'écouler le matériel à diverses briquetteries, celle-ci réalise l'ampleur de l'hétérogénéité du gisement et commande une campagne de forages et tranchées afin de délimiter ce dernier et d'en calculer les réserves.

La compagnie Industrial Minerals Ltd, responsable du contrat, fait creuser 21 tranchées et effectue 15 trous de forage. Cependant, en raison de la nature du matériel, deux tranchées seulement atteignent la roche-mère et la récupération des carottes de forage est pauvre, ne permettant d'estimer que des réserves possibles. La moitié de ces réserves comprend une

argile plastique jaune, interceptée par l'un des trous de forage, qui recouvre une partie du gisement. Selon l'auteur du rapport (Walker, 1962) le gisement ne pourrait être rentable sans que la couche superficielle d'argile plastique jaune ne soit économiquement exploitable.

Cimon (1969), dans son mémoire de maîtrise, suggère que cette couche argileuse proviendrait d'un saprolithe faiblement remanié par le passage des glaciers et déposé près de sa source.

Les différentes campagnes de mise en valeur du gisement ont permis néanmoins de délimiter une certaine quantité de minerai qui peut être classée en trois blocs de réserves (Walker, 1962) dont les dimensions sont indiquées à la figure 4.

Ces trois blocs de réserve, d'après le rapport d'Indusmin, seraient les suivants:

<u>Un bloc A</u> est situé au niveau de la carrière no. 1 et contient 160 000 T.M sèches d'un sable blanc à beige feldspathique contenant 15% de kaolinite sur une épaisseur de 18 mètres. Sa superficie est de 5 510 m<sup>2</sup>. On trouve ici et là des poches d'anorthosite fraiche. Le tout est recouvert par 6 mètres de till.

- <u>Un bloc B</u>, au voisinage de la carrière no. 2, est constitué de 90 000 T.M. d'anorthosite altérée à 18% de kaolinite. Il a une épaisseur de 18 mètres et une superficie de 2 755 m<sup>2</sup>. C'est une roche massive mais tendre dont la structure originale a été conservée. Le bloc est recouvert de 4.5 mètres de till.
- <u>Un bloc C</u>, au sud-est des deux autres, contient 330 000 T.M. sèches d'une argile plastique jaune, dont la teneur en kaolin dépasse 25%. Il s'étend sur 10 100 m<sup>2</sup> et a une épaisseur de 18 mètres sous 8 mètres de till C'est de loin l'argile la plus abondante du gisement. Cette argile recouvre probablement une argile blanche du même type que celle du bloc A et en continuation avec celle-ci.

Les réserves totales possibles incluant l'argile plastique jaune s'élèvent à 580 000 T.M. sèches, mais elles pourraient être plus considérables, de l'ordre de l 818 000 T.M., si l'on en croit le relevé de résistivité électrique de Girard (1960). Cependant, en raison de l'hétérogénéité du gisement, cette méthode de mise en valeur est plus ou moins applicable et demeure d'une effacité douteuse.

#### CHAPITRE 3

#### ETUDE DE L'HETEROGENEITE DU GISEMENT

#### 3.1 PREMIERE APPROCHE

En 1980, le CRIQ procédait avec succès à la fabrication d'une mousse d'argile en utilisant du matériel de Château-Richer. Une première visite sur le terrain a permis de constater que le matériel employé provenait d'une zone plutôt riche possiblement non représentative de l'ensemble du gisement. Le contenu en kaolin du matériel en place varie sensiblement d'un endroit à l'autre, ce qui peut compromettre son utilisation potentielle comme matière première pour la fabrication des mousses d'argile, si des essais plus exhaustifs ne sont pas réalisés.

Notre première approche consistait ainsi à s'assurer que le procédé de fabrication des mousses d'argile déjà mis au point pouvait s'accommoder d'une grande variabilité dans la composition minéralogique de la matière première. A cet effet, des essais de moussage de l'argile furent réalisés en utilisant du matériel provenant de dix endroits différents des deux carrières, grossièrement représentatifs des variations en argile rencontrées, y compris un échantillon d'argile plastique jaune. Tous les échantillons ont subi sans trop de problème l'essai de moussage. Ce dernier consistait à agiter mécaniquement dans un bécher un mélange d'argile de Château-Richer additionné de 50% d'eau, 3% de savon, 0.5% de stabilisant et 0.4% de liants minéraux. Le stabilisant et les liants assurent une certaine cohésion de la mousse séchée afin d'en améliorer la manipulation.

Le matériel très riche a donné la mousse la mieux réussie et la plus stable, alors que le matériel pauvre se moussait moins bien et s'organisait en pores très grossiers d'une stabilité précaire.

Au séchage, une fissuration superficielle était constatée chez les échantillons les plus riches en kaolin mais après cuisson, ces spécimens affichaient un retrait moins important par rapport aux mousses pauvres en argile.

Les différences les plus spectaculaires se situaient surtout au niveau de la couleur des briquettes qui allait du blanc crème, pour les produits très kaoliniques, à brun foncé pour les mousses plus feldspathiques, en passant par toute une gamme de beige et d'orangé. Le spécimen le plus foncé, dont la couleur révèle une forte concentration en minéraux ferrugineux, était dérivé de l'argile plastique jaune.

A partir de ces résultats, il devient évident que plusieurs paramètres, dont le contenu en kaolin et feldspath de la matière première, doivent être controlés afin de garantir le succès d'une production industrielle de mousses d'argile. Si tout le matériel des essais a donné des mousses convenables, un certain nombre d'échantillons seulement offraient les qualités requises pour un marché potentiel. Parmi ces qualités, il faut mentionner la couleur, la dureté, la porosité, la densité et le retrait après cuisson. Il est donc très important de quantifier ces paramètres en utilisant des échantillons représentant le mieux les variations rencontrées dans le gisement.

Le matériel employé lors des premiers essais de moussage provenait de la couche superficielle de sol et ne prétendait pas représenter une image fidèle de l'hétérogénéité intrinsèque du gisement. Aussi, dans le but de mesurer sur le terrain la grandeur de cette hétérogénéité et d'offrir en même temps du matériel pour des essais de fabrication de mousses, un échantillonnage plus rigoureux dans la roche-mère des carrières devenait obligatoire.

### 3.2 ECHANTILLONNAGE

Les points d'échantillonnage dans les carrières apparaîssent en plan à la figure 2.

### 3.2.1 <u>Carrière no. 1</u>

Dans la carrière no. l, il était difficile de faire un échantillonnage systématique en raison de l'irrégularité topographique des lieux. La difficulté fut contournée en procédant à des prélèvements à chaque changement notable dans la nature du sol.

Les échantillons no. 1 à 4 proviennent de l'escarpement à l'est du replat, tandis que ce dernier comprend les no. 5, 6, 8 et 9 comme l'indique le dessin de la figure 6. Afin de faire apparaître un éventuel enrichissement vertical, les échantillons 5,6 et 9 ont été divisés en 5h, 5b, 6h, 6b, 9h et 9b, correspondant au haut et au bas du replat. Le no. 7 ne correspond à aucun échantillon car la roche-mère n'a pu être atteinte à cet emplacement.

#### 3.2.2 Carrière no. 2

Dans la carrière no. 2, laquelle présente une face régulière de 15 m x 24 m, un échantillonnage systématique a été possible. Les prélèvements ont été effectués sur deux lignes horizontales superposées (figure 6), ce qui permet d'évaluer l'enrichissement vertical.


Figure 6 Profil des carrières montrant la localisation des échantillons. L'endroit correspondant au no. 7 n'a pu être échantillonné

La ligne supérieure a fait l'objet d'un rainurage divisé en trois échantillons (CR-11, CR-12 et CR-13) alors qu'il a fallu procéder à un échantillonnage ponctuel sur la ligne inférieure, en raison de l'épaisseur du mort terrain, en creusant 18 trous profonds à l'aide d'une pelle ronde (CR-14, CR-15 et CR-16).

#### 3.2.3 Autres échantillons

Outre cet échantillonnage des carrières, deux prélèvements supplémentaires ont été effectués dans la carrière no. 1 aux endroits où le CRIQ avait amassé en grande quantité du matériel pour des essais de moussage. Il s'agit de CR-82 brut, situé sur le replat de la carrière no. 1, et de CR-H brut récolté plus bas sur le plancher de cette même carrière. Ces échantillons représentent les matériels bruts de CR-82(-28) et CR-H(-100) qui ont été traités à l'usine-pilote du Centre de Recherche Minérale du Québec (CRM).

#### 3.3 TRAITEMENT DES ECHANTILLONS

# 3.3.1 Echantillons traités à l'usine-pilote

CR-82(-28) consiste en cinq tonnes métriques de matériel séché, concassé et broyé à l'usine-pilote du CRM (Turgeon, 1981) de façon à ce que 93% de la masse totale traverse le tamis de 28M.

Le matériel CR-H, quant à lui, représente quatre tonnes de roche kaolinique, broyée par procédé humide pour passer le tamis 100M (93% < 0.15 mm). Le rapport de l'usine-pilote (Turgeon, 1982) décrit CR-H à l'arrivée à l'usine comme un matériel très humide contenant des feuilles, des branches et des racines d'arbustes, et au sortir du traitement, comme une matière difficile à filtrer, qui dépose très lentement, laissant une eau claire surnageante. Quant à nous, nous avons noté que cette substance, de couleur verdâtre, possédait une tension superficielle plutôt élevée, responsable en grande partie de la présence d'un surnageant clair et causant des problèmes importants de fissuration lors du séchage des mousses fabriquées à partir de celui-ci.

## 3.3.2 Echantillons traités au CRIQ

### 3.3.2.1 Désagrégation au Mix-Muller

Tous les échantillons récoltés dans les carrières furent débarrassés des matières organiques puis séchés en étuve à 60 °C comme le recommande la norme ASTM D2217 (1978) pour l'analyse granulométrique des sols.

Le matériel kaolinique tendre devient très dur après séchage et il convient de le broyer légèrement pour séparer les grains et libérer le kaolin. Cette étape est délicate. Il ne s'agit pas de briser les grains, mais uniquement de les séparer. Un fragment d'anorthosite massive doit rester intact alors qu'un morceau partiellement kaolinisé doit être défait afin d'en analyser les diverses phases minérales. Il faut chercher à se rapprocher du traitement qu'aurait à subir le matériel au niveau industriel.

A cet effet, les échantillons ont subi une désagrégation dans un mélangeur de terre à céramique Mix-Muller, lequel apparaît à la figure 7. C'est un appareil fait de deux meules en fer d'environ 13 cm de rayon, distancées d'environ 40 cm et pesant chacune 10 Kilos. Elles tournent à 45 tours par minute dans un bassin de métal de 62 cm de diamètre.

Afin de limiter au maximum l'effet de broyage, les meules ont été recouvertes de deux bandes de caoutchouc provenant d'une chambre à air de vélo. Ainsi les roues, libres de mouvements verticaux, peuvent sauter par dessus les morceaux durs d'anorthosite sans les casser, tout en défaisant mécaniquement les mottes plus tendres emprisonnant la kaolinite. Le seul broyage effectif est celui engendré par le frottement des grains entre eux, les feldspaths favorisant ce processus et le kaolin l'inhibant.



Figure 7 Photographie du mélangeur à céramique Mix-Muller Simpson du CRIQ La durée du broyage au Mix-Muller, entre 10 et 20 minutes, était controlée avec la disparition des agrégats de kaolin au-dessus du tamis 30M. Des analyses granulométriques sur certains échantillons avec différents temps de broyage ont démontré que moins de 3% de matériel était ajouté par broyage aux fractions inférieures à 100M.

## 3.3.2.2 Défloculation

Avant de procéder à l'analyse granulométrique et minéralogique, il est nécessaire que les particules fines, qui possèdent des charges ioniques les forçant à s'agglomérer entre elles, soient soumises à une défloculation par voie humide.

La méthode utilisée, empruntée à Loomis (1938), consiste à faire tourner sens dessus dessous pendant 17 heures un bocal fermé contenant au fond du matériel à analyser et rempli au 2/3 d'une solution de pyrophosphate de sodium (2.46 g/l). L'annexe l décrit plus en détail le mode opératoire utilisé.

#### 3.4 ANALYSE GRANULOMETRIQUE

L'analyse granulométrique (figure 2) est réalisée en séparant les échantillons en fractions qui sont par la suite pesées. Chaque échantillon est d'abord séparé en deux fractions en procédant au lavage du matériel sur un tamis de 400M (38 microns), en utilisant de l'eau déionisée. La méthode employée s'inspire de la norme ASTM D2217 (1978).

La fraction supérieure à 38 microns est séchée et subdivisée de façon mécanique en fractions plus petites, en utilisant des tamis de 3/8 po, 4M, 10M, 16M, 30M, 45M, 70M, 100M, 140M, 200M et 230M. Ce choix correspond à des limites de classes granulométriques employées par le Massachusset Institute of Technology (M.I.T.), auxquelles furent ajoutées des subdivisions pour tenir compte de la granulométrie serrée du matériel.

La fraction inférieure à 38 microns, issue du lavage de l'échantillon sur le tamis 400M, fut conservée pour en faire une analyse minéralogique. Elle ne sert donc pas pour l'analyse granulométrique proprement dite, laquelle est réalisée à part sur une autre prise de l'échantillon par méthode sédimentométrique dans des pipettes d'Andréasen.

Les courbes granulométriques obtenues, ainsi que les données s'y

référant, seront discutées à la section 3.6, après que les données de l'analyse minéralogique, qui suit dans la section 3.5, auront permis la réalisation de courbes granulométriques spécifiques pour chacun des minéraux ou groupes de minéraux. Ces nouvelles courbes sont appelées courbes granulo-minéralogiques. Elles permettront une meilleure visualisation de l'hétérogénéité granulo-minéralogique du gisement.

# 3.5 ANALYSE MINERALOGIQUE

Comme l'analyse granulométrique, l'analyse minéralogique (figure 2) s'est déroulée en deux étapes: l'analyse minéralogique des fractions supérieures à 38 microns, séparées par tamisage, et celle des fractions inférieures à 38 microns, séparées par sédimentation.

#### 3.5.1 Analyse des fractions supérieures à 38 microns

L'analyse minéralogique des fractions granulométriques séparées par tamisage s'est effectuée par identification des phases minérales au moyen de la diffraction des rayons-X. La proportion des minéraux fut estimée visuellement, de façon semi-quantitative, en utilisant une loupe binoculaire.

Cette analyse a permis d'identifier huit phases minérales.

Ainsi, les fractions de la grosseur des sables fins sont essentiellement composées d'andésine, alors que les fractions plus grossières sont généralement constituées d'anorthosite non altérée avec un peu de kaolinite cimentée par des hydroxydes de fer qui les préservent du broyage. Des minéraux secondaires, tels que l'ilménite, la biotite altérée en vermiculite, la magnétite et la limonite, se retrouvent en proportion variable. Les minéraux accessoires sont le quartz et la hornblende.

#### 3.5.2 Analyse des fractions inférieures à 38 microns

La fraction inférieure à 38 microns, qui peut occuper plus de 50% du matériel, a été subdivisée en quatre parties. Le but de ce fractionnement était de mettre en évidence l'évolution granulométrique des phases minérales et de situer les fractions renfermant la kaolinite.

La séparation granulométrique a été réalisée par sédimentométrie. Le principe de la méthode repose sur la loi de Stoke selon laquelle la vitesse de chute des particules dans un liquide est proportionnelle à leurs dimensions. Ainsi, en mettant l'échantillon en suspension dans l'eau et en siphonnant une partie de cette suspension après un certain laps de temps, une séparation granulométrique est réalisée, laquelle devient pratiquement totale après une dizaine de répétition.

Cette méthode, décrite plus en détail à l'annexe 2, a permis de séparer les fractions suivantes: 20 à 38 microns, 10 à 20 microns, 2 à 10 microns et plus petit que 2 microns. Cette dernière fraction, en raison de l'importante quantité d'eau qui l'accompagne et du temps qui serait requis pour la sédimenter, a subi une décantation rapide par floculation des particules au CaCl<sub>2</sub> (0.2 g/l) suivie d'un lavage et rinçage à l'eau déionisée au moyen d'une centrifugeuse (trois rinçages de deux heures à 2 000 tours/min.).

Au fond des éprouvettes à centrifuger, il a été noté la présence d'un culot blanc formé de particules grossières de dimension nettement supérieure à deux microns, alors qu'elles ne devraient théoriquement pas s'y trouver. L'examen de ces corpuscules au microscope électronique à divers grossissements (figures 8, 9 et 10) a révélé qu'il s'agissait de petits "beignets" d'aspect feutré d'environ 70 microns de diamètre et formés par accollement ionique de bâtonnets à base hexagonale suivant une structure "toroïdale". Ces bâtonnets ayant des dimensions inférieures à 2 microns, leur présence au sein des éprouvettes est justifiée.

Une analyse à la diffraction des rayons-X de ce matériel a permis d'identifier le pyrophosphate de calcium. Sa présence dans les fractions inférieures à deux microns peut s'expliquer



Figure 8 Image photomicroscopique de bâtonnets de pyrophosphate de calcium réunis en beignets dans l'échantillon CR-6h, fraction < 2 microns (x 100)



Figure 9 Image photomicroscopique de bâtonnets de pyrophosphate de calcium réunis en beignets dans l'échantillon CR-6h, fraction < 2 microns (x 1 000)



Figure 10 Image photomicroscopique de bâtonnets de pyrophosphate de calcium réunis en beignets dans l'échantillon CR-6h, fraction < 2 microns (x 5 700) par combinaison du dispersant, le pyrophosphate de sodium, avec le floculent, le chlorure de calcium, selon la formule qui suit:

$$Na_{4}P_{2}O_{7} \cdot 10H_{2}O + 2CaCl_{2} = Ca_{2}P_{2}O_{7} \cdot 2H_{2}O$$
(insoluble)
+ 4NaCl + 8H<sub>2</sub>O

Un essai de combinaison artificielle des deux produits purs dans de l'eau déionisée a d'ailleurs provoqué la précipitation de "beignets" de pyrophosphate de calcium et la formation d'une eau salée, dont le résidu après évaporation a été identifié au rayons-X comme étant du chlorure de sodium.

# 3.5.2.1 Identification des phases minérales en présence

Une première analyse des fractions fines à la diffraction des rayons-X a permis de constater que celles-ci se composent essentiellement de deux minéraux identifiés comme l'andésine, ayant des pics majeurs de diffraction à 3.21Å (040), 4.04Å (201), 3.76Å (111) et 3.65Å (131), et un minéral de la famille de la kaolinite dont les pics principaux sont situés à 7.35Å (001), 4.45Å (020) et 3.63Å (002) (figure 11).

La largeur du pic à 7.35Å suggère l'halloysite qui cristallise sous forme de tube enroulé. Cependant Cimon (1969), dans son



Figure ll Diagramme typique de diffraction des rayons-X dans les fractions fines d'un échantillon de kaolin, CR-11 (2 à 3.6 microns)

mémoire de maîtrise sur le kaolin de Château-Richer, conclut, à la suite d'analyses aux rayons-X d'échantillons diversement traités, qu'il s'agit plutôt de l'hydrokaolinite dont la forme est tabulaire. En examinant diverses fractions granulométriques au microscope électronique (figures 12, 13 et 14), des plaquettes pseudo-hexagonales de kaolinite sont parfaitement identifiables alors qu'aucun tube n'est remarqué . La fraction la plus grossière montre par ailleurs en majorité des grains d'andésine dont certains en voie de kaolinisation.

Outre l'andésine et la kaolinite, certaines fractions inférieures à deux microns ont montré des pics de diffraction à 8.8Å, 5.6Å, 4.4Å et 2.8Å (figure 15) qui ne semblent pas attribuables à un seul minéral, mais correspondre à un groupe de composés qui ont tous un caractère commun: un radical phosphaté. Ceci suggère la formation de certains composés phosphatés différents des beignets de pyrophosphate de calcium déjà extraits par centrifugation. Ces phosphates ont pu se former par réaction du défloculent utilisé lors du traitement des échantillons, le pyrophosphate de sodium, avec certains amorphes comme les hydroxydes de fer ou la silice libre.

La présence de ces précipités devient embarrassante lorsqu'il s'agit de faire de l'analyse semi-quantitative aux rayons-X. Aussi est-il souhaitable de les éliminer. On y parvient par



Figure 12 Image photomicroscopique de plaquettes de kaolinite, échantillon CR-6h (< 2 microns) (x 10 000)



Figure 13 Image photomicroscopique de plaquettes de kaolinite, échantillon CR-6h (< 2 microns) (x 4 500)



Figure 14 Image photomicroscopique de plaquettes de kaolinite, échantillon CR-6h (< 2 microns) (x 1 000)



Figure 15 Présence de phosphates dans un échantillon de kaolin; diagramme de diffraction des rayons-X de CR-8 (< 2 microns)

attaque à l'acide chlorydrique 50% suivi d'un lavage sur filtre multipore de 0.22 micron. Ce faisant, la fraction inférieure à 0.22 micron se trouve perdue mais elle n'occupe généralement pas plus de 1% du matériel. Un diffractogramme de cette fraction n'a d'ailleurs montré aucun pic particulier, cependant qu'un test qualitatif au molybdate-hydrazine a révélé la présence des phosphates.

La figure 16 montre l'effet du traitement au HCl sur les pics de phosphate à 5.6Å et 8.8Å de CR-5h. En plus d'éliminer totalement les phosphates, l'attaque à l'acide a provoqué une augmentation de l'intensité des pics de la kaolinite et de l'andésine, attribuable à l'élimination simultannée des amorphes qui tendent à masquer la diffraction.

## 3.5.2.2 <u>Technique de l'étalon interne</u>

La technique de l'étalon interne, développée par Klug et Alexander (1954), est la méthode utilisée dans l'analyse semi-quantitative des minéraux par diffraction des rayons-X. Cette technique permet de relier directement l'intensité de la diffraction d'une substance à sa concentration dans les spécimens.

Puisqu'il n'y a que deux minéraux en présence dans les fractions





Figure 16 Effet du traitement d'un échantillon au HCl (50%) sur la disparition des pics de pyrophosphate, CR-5h (< 2 microns) a) avant l'attaque au HCl; b) après l'attaque au HCl

fines des échantillons de Château-Richer, il suffit d'analyser l'un des deux constituants pour connaitre automatiquement le volume de l'autre. L'auteur du mémoire s'est servi de cette particularité pour remplacer l'étalon interne, normalement une substance étrangère, par l'un des minéraux. La technique s'en trouve ainsi très simplifiée mais demande une modification des équations de base qu'il convient de présenter ici. En voici l'essence:

L'intensité des rayons diffractés par un plan hkl d'une substance cristalline peut se définir par la relation suivante:

 $I_{hkl} = KV/\mu$ 

où: V est le volume de la substance diffractante présent dans. le spécimen;

µ est le coefficient d'absorption linéaire du spécimen. C'est une matrice résultant de l'absorption de chacune des substances dans le spécimen;

K est une constante qui dépend autant du spécimen que des conditions d'analyse.

Cette relation permet en principe la détermination des volumes

de minéraux présents dans un spécimen. C'est le cas lorsque toutes les substances en présence possèdent le même coefficient d'absorption linéaire car l'absorption totale du spécimen ne se trouve pas modifiée par la concentration des constituants. Cela se produit par exemple lorsque des polymorphes du même minéral, tels le quartz et la cristobalite, sont analysés semi-quantitativement. Dans la plupart des cas cependant, l'absorption du spécimen dépend largement de sa composition. En effet, lorsque des minéraux ayant des coefficients d'absorption différents sont en présence, une modification de leur proportion entraîne un changement substantiel dans l'absorption totale du spécimen et donc une variation de l'intensité du rayonnement diffracté par rapport au volume V de la substance diffractante.

La technique de l'étalon interne contourne cette difficulté en établiggant une relation qui est indépendante de l'absorption linéaire du spécimen. Pour ce faire, il suffit d'ajouter à tous les spécimens une quantité fixe d'une substance servant d'étalon et de faire le rapport des intensités.

Soit: I =  $K \sqrt{\mu}$  l'intensité de la diffraction de la substance dans le spécimen;

et:  $I_e = K_e V_e / \mu$  l'intensité de la diffraction du minéral étalon ajouté dans le spécimen;

Alors: 
$$I_s/I_e = K_s V_s/K_e V_e$$
,  $\mu$  étant éliminé.

Or, puisque le volume V de l'étalon est constant, la relation peut s'écrire:

$$V_s = KI_s/I_e$$
, où:  $K = K_s/K_eV_e$ 

Ainsi la relation devient linéaire et la concentration de la substance analysée peut être déduite directement en faisant la relation des intensités. Cette technique offre l'avantage d'être indépendante des conditions d'analyse, car ce n'est plus une intensité absolue qui est mesurée mais un quotient théoriquement invariable pour une même concentration.

Pour avoir une référence sur laquelle mesurer la valeur de la relation volume-intensité, il s'agit de construire une courbe d'étalonnage avec des substances standards de concentrations connues auxquelles l'étalon est ajouté. Lorsque les intensités relatives sont portées en ordonnée et les concentrations des standards en abcisse, une droite de pente K est alors obtenue.

Quand il n'y a que deux substances cristallines dans le spécimen, comme c'est le cas dans les fractions fines du matériel de Château-Richer avec l'andésine et la kaolinite, l'un des deux minéraux peut lui-même servir d'étalon. Son volume n'est pas constant mais il est connu par déduction. Revenons à l'équation:

 $I_s/I_e = K_s V_s/K_e V_e$ 

Dans le cas de deux substances, le volume de l'étalon peut être remplacé par  $(1-V_s)$  et l'équation devient:

$$V_{s}/(1-V_{s}) = K'I_{s}/I_{e}$$
, où:  $K' = K_{s}/K_{e}$ 

Cette relation est linéaire et peut être utilisée avec l'aide d'une courbe d'étalonnage pour la détermination des concentrations en kaolinite, en se servant de l'andésine comme étalon. Le seul inconvéniant de la méthode réside dans son échelle  $V_{\rm s}/(1-V_{\rm s})$  qui n'est pas constante et qui tend vers l'infini.

Outre d'éliminer la corvée des ajouts dosés de minéral étalon dans les échantillons, la méthode offre l'avantage d'être indépendante de la finesse des particules. En effet, Klug et Alexander (1974) ont pu démontrer que l'intensité de la diffraction diminue avec l'augmentation de la grosseur des cristallites soumises aux rayons-X. Cette relation est liée au phénomène d'extinction. Or, dans la méthode de l'étalon interne, la substance servant d'étalon doit présenter idéalement une courbe granulométrique identique à celle de la substance analysée sous peine d'une variation dans le rapport des intensités. Cela est d'autant plus drastique lorsque ce sont des fractions granulométriques différentes d'un même échantillon qui sont analysées en utilisant la même poudre étalon.

Dans la méthode développée par l'auteur, le problème ne se pose pas puisque l'étalon provient de l'échantillon dans sa propre fraction granulométrique. Quelque soit la fraction granulométrique considérée, le rapport des intensités pour une concentration donnée est constant.

Malgré cet avantage, des problèmes de reproductibilité et d'orientation préférentielle restent à résoudre. Ces problèmes sont liés à la grosseur intrinsèque des particules. D'après Hubbard et Smith (1976), le nombre de particules nécessaire à la réalisation d'une diffraction statistiquement parfaite est infini. En pratique, pour obtenir un nombre suffisant de particules aléatoirement orientées, il faut pousser le broyage de manière à réduire les particules en deçà de cinq microns. Cela est d'autant plus nécessaire avec des minéraux en plaquettes comme la kaolinite car, en grosses particules, elles tendent à s'orienter sur leur clivage dominant. Conséquemment, il est plus prudent de broyer systématiquement toutes les poudres afin d'en réduire la dimension des grains.

#### 3.5.2.3 Choix des standards

Dans la construction d'une courbe d'étalonnage, des minéraux purs sont généralement utilisés dans la préparation des mélanges binaires. Or, dans les échantillons de Château-Richer, les minéraux n'ont pas le même degré de pureté que ceux vendus commercialement comme références. En particulier pour les argiles, dont le degré de cristallinité varie énormément selon leur génèse, il est fortement suggéré d'utiliser comme argile de référence, celle qui se trouve dans les échantillons eux-mêmes (Gibbs, 1967). La seule difficulté consiste à isoler cette argile. Il faut la chercher dans les fractions les plus fines du matériel.

Bien que normalement la fraction la plus fine, celle inférieure à deux microns et appelée fraction argileuse, ne devrait contenir que de la kaolinite, tous les échantillons analysés contenaient de l'andésine dans cette fraction, de telle sorte que cette dernière est inutilisable telle quelle comme matériel de référence pour les courbes d'étalonnage. La présence de l'andésine dans les fractions argileuses peut être attribuable soit au broyage du matériel au Mix-Muller - cette hypothèse sera rejetée plus loin - ou bien au processus même de transformation de l'andésine en kaolinite qui peut laisser des fines particules de feldspath.

L'échantillon CR-1 s'est révélé le matériel qui contient le moins d'andésine; son pic situé à 3.21Å fait à peine saillie sur le diffractogramme de la figure 17. Un premier essai d'isolement de la kaolinite a été tenté en employant du matériel CR-1, préalablement conservé à l'état humide dans un sac de plastique et sur lequel une séparation à deux microns par sédimentation fut effectuée. Malgré l'absence de broyage, le pic d'andésine est encore observable (figure 18) et affiche la même intensité que dans le diffractogramme précédant, infirmant ainsi l'hypothèse d'une contamination par broyage. C'est en poussant la séparation à 0.50 micron qu'il a été possible d'obtenir un produit pur, exempt de feldspath. La comparaison du diffractogramme de ce matériel (figure 19) avec celui d'un kaolin commercial (fiqure 20) démontre la pertinence d'utiliser comme référence, un minéral issu du spécimen à analyser.

Comme standard d'andésine, des grains de ce minéral ont été séparés de la fraction 4 à lOM de l'échantillon CR-6b sous binoculaire. Le diffractogramme du matériel ainsi isolé (figure 21) s'apparente à celui d'une andésine standard.



Figure 17 Présence de l'andésine dans un diagramme de diffraction des rayons-X d'un échantillon de CR-1 broyé au Mix-Muller, fraction < 2 microns



Figure 18 Présence de l'andésine dans un diagramme de diffraction des rayons-X d'un échantillon non broyé de CR-1, fraction < 2 microns



Figure 19 Diagramme de diffraction des rayons-X de la kaolinite standard utilisée pour l'étalonnage (fraction < 0.5 micron de l'échantillon non broyé de CR-1), dans laquelle l'andésine est totalement absente



Figure 20 Diagramme de diffraction des rayons-X d'une kaolinite commerciale utilisée en céramique



Figure 21 Diagramme de diffraction des rayons-X de l'andésine standard utilisée pour l'étalonnage (fraction 4 à 10M de l'échantillon CR-6b)

### 3.5.2.4 Préparation des spécimens

La courbe d'étalonnage se construit en préparant des mélanges binaires de kaolinite et d'andésine standards extraits d'échantillons et broyés finement au mortier. Les combinaisons de minéraux ont été choisies à 5% de kaolinite, 15, 30, 50, 70, 85 et 95% de kaolinite. Les mélanges pesés, de même que tous les échantillons récoltés dans les carrières, ont été traités pour l'analyse suivant une méthode développée par l'auteur et visant à réduire au maximum l'orientation préférentielle des cristaux. Cette méthode se décrit comme suit:

La poudre de spécimen est broyée dans un mortier en agate pendant 15 minutes en présence d'un excès d'acétone. Le broyage est arrêté au moment où l'évaporation de l'acétone amène le mélange au stade de pâte, ce qui fixe les particules en mouvement. Après séchage dans cette position, le matériel est déposé sur une feuille de papier puis haché finement à l'aide d'une lame de rasoir. La poudre est ensuite placée dans un support d'aluminium évidé et l'excès est enlevé avec la lame, en effectuant un mouvement cisaillant. Cette dernière opération est recommencée plusieurs fois en rajoutant de la poudre, afin que tous les trous soient remplis pour offrir à la diffraction une surface plane et régulière. Cette méthode donne encore de meilleurs résultats si la poudre, au lieu d'être broyée, est agglomérée au moyen d'un jet de vernis

acrylique tel que le krylon (Tremblay et Carignan, 1985).

# 3.5.2.5 Choix des pics et mesure des intensités

Le pic de la kaolinite qui sert habituellement à l'analyse quantitative est celui situé à 7.35Å. Il correspond au plan (001). Pour l'andésine, le double pic à 3.18Å et 3.21Å, représentant respectivement les plans (002) et (040), a été sélectionné car sa reproductibilité est meilleure qu'avec le pic secondaire à 4.04Å (201).

L'intensité de la diffraction se mesure de préférence par l'aire sous le pic. En effet, la quantité du minéral contenu dans le spécimen est plus étroitement relié à la surface du pic qu'à sa hauteur (Gibbs, 1965). Une étude de reproductibilité des intensités tend d'ailleurs à démontrer que, pour un même volume de minéral, la hauteur du pic considéré présente une plus grande variation que sa surface. Cette dernière est calculée en multipliant la hauteur du pic mesurée à partir d'une ligne délimitant le bruit de fond, par sa largeur à mi-hauteur. Le bruit de fond est établi en traçant, à la base du pic, un trait qui suit la direction générale du diffractogramme. La figure 22 montre comment le bruit de fond est positionné dans la mesure des pics de l'andésine et de la kaolinite. Il faut ajouter qu'en raison de la largeur



Figure 22 Positionnement de la ligne de bruit de fond sous les pics de l'andésine et de la kaolinite du diagramme de diffraction des rayons-X de CR-5h (< 2 microns)
particulière du pic de la kaolinite, la mesure de sa surface à une très faible teneur se confond au bruit de fond de l'andésine. En fait, pour une teneur nulle en kaolinite, on obtient quand même une surface mesurée de 0.085 mm<sup>2</sup> à 7.35Å. Il convient donc de réduire systématiquement cette valeur de toute mesure d'intensité du pic de la kaolinite, que ce soit pour les standards ou les échantillons.

#### 3.5.2.6 Conditions d'analyse

L'appareil utilisé est un diffractomètre Philips modèle PW-1050 dont le générateur, alimentant un tube à cathode de cuivre, a été alimenté à une tension de 40 kV et un courant de 20 mA. Le goniomètre a été réglé pour tourner à une vitesse de deux degrés à la minute avec un défilement de 20 mm à la minute du papier d'enregistrement. Pour le positionnement du compteur, une étude portant sur la reproductibilité des pics de l'andésine et de la kaolinite a révélé qu'il était préférable d'utiliser une intensité de 2 000 coups par seconde, avec un temps d'intégration de quatre secondes.

#### 3.5.2.7 Courbes d'étalonnage

Les valeurs d'intensité obtenues pour les sept standards préparés apparaissent au tableau l. Chaque valeur est une

#### TABLEAU 1

## VALEURS DES INTENSITES DE DIFFRACTION (AIRE SOUS LE PIC) DES MELANGES BINAIRES KAOLINITE-ANDESINE DE LA COURBE D'ETALONNAGE

<u>standards</u>	No		int	ensité		erreur sur %		
0/1/ 0/ 4		<u>abs</u>	<u>olue</u>	*******************************	<u>relati</u>	<u>de kaolinite</u>		
<u>%K - %A</u>		ľĸ	IA	I <sub>K</sub> /I <sub>A</sub>	May.	5	<u>_rel.</u>	<u>aps</u> .
05 - 95	1	0.34	11.71	.029				
	23	U•25	11.25	•UZU 022				
	4	0.14	10.48	.013	.021	.007	2.2	50.0
15 - 85	1	0.45	9.60	•047				
	2	0.60	9.94	.060				
	3	0.55	10.47	.053	.053	.007	1.8	13.1
30 - 70	1	1.11	7.91	.139				
	2 3	1.16	8.21 8.89	.127	.132	.006	1.0	3.3
50 <b>-</b> 50	1	1.71	6.50	.263				
	2	2.05	6.38	.321				
	3	1.94	6.80	•285	•290	.029	2.6	5.2
70 - 30	1	2.97	3.99	•744				
	23	2.93	4.23 3.94	•693 •693	.710	.029	1.0	1.4
	,	2.19	<b>J</b> • / <del>•</del>	• • • • •	• / 10		1.0	1.4
85 - 15	1	3.77	2.04	1.85				
	2	3.78	2.17	1.74			<b>a</b> (	
	3	3.72	2.18	1./1	1.//	•174	IJ•6	U•6
95 - 05	1	4.76	0.84	5.67				
	2	4.03		4.92	5 55	050	0.5	0 5

\* Calculée par l'écart-type sur la moyenne des intensités relatives à l'aide des équations de régression.

.

.

moyenne des intensités relatives de trois spécimens de la même poudre. Cette méthode offre l'avantage d'obtenir une mesure du degré de désorientation des cristaux dans la poudre, par la valeur de l'écart-type sur ces trois intensités. Par exemple, à de faibles concentrations en kaolinite, l'écart-type est élevé en raison de l'incertitude sur la mesure du pic de la kaolinite. Ainsi, pour une teneur de 5% en kaolinite, cet écart-type produit une erreur absolue de  $\pm 2.2\%$  de kaolinite, pour une erreur relative de 50%. Par contre, à une concentration de 95%, l'erreur absolue n'est que de  $\pm 0.5\%$  de kaolinite, soit une erreur relative d'à peine 0.5%.

Puisque cet écart-type se révèle très faible dans les spécimens à forte teneur en kaolinite, il est légitime de croire que la méthode de préparation utilisée pour réduire l'orientation des cristallites argileuses est efficace.

La courbe d'étalonnage de la figure 23 montre que la relation entre les valeurs V/(1-V) et les intensités relatives  $I_K/I_A$ est parfaitement linéaire. La corrélation obtenue est de 99.98%. Pour trouver la concentration en kaolinite, il s'agit de diviser la valeur lue sur l'axe des x par la somme de cette même valeur plus l. Par exemple, pour une lecture V de 1.00, la concentration est égale à 1.00/(1.00 + 1), soit 50% de kaolinite.



Figure 23 Courbes chaque p mesures a) b) ЧЛ 50 ۵v point ar d'étalonnage point est une dont Ч Ś 80° 20 ۵. Li t de l'écart-: vertical de est e kaolinite; le kaolinite moyenne -type est de ... la kaolinite; yenne de trois pe est représenté

Pour réduire l'imprécision de lecture sur les teneurs inférieures à 50% de kaolinite, due à la fonction logarithmique propre à la méthode choisie, la courbe d'étalonnage a été divisée en deux parties, les équations de régression linéaire correspondantes étant les suivantes:

de 0% à 50% de kaolinite, y = 0.283x + 0.008 (p = 99.99%)

de 50% à 100% de kaolinite, y = 0.291x + 0.045 (p = 99.98%)

#### 3.5.2.8 Résultats de l'analyse aux rayons-X

Le tableau 2 présente les résultats del'analyse semi-quantitative des échantillons, tels que déterminés par la diffraction des rayons-X, pour les différentes fractions granulométriques inférieures à 38 microns.

Tous les échantillons considérés contiennent de la kaolinite en quantité inversement proportionnelle à leur granulométrie. Ainsi, la fraction la plus fine (< 2µ) montre un contenu en argile qui s'échelonne de 65% à 92% de kaolinite, sauf pour l'échantillon CR-H(-100) qui ne possède que 43.5% de kaolinite, suite au broyage à l00 mailles qui a gonflé cette fraction d'un apport de feldspath. Le contenu en kaolinite diminue dans la fraction comprise entre deux et dix microns, où elle se

## TABLEAU 2

## TENEURS (%)EN KAOLINITE DES ECHANTILLONS POUR LEURS DIFFE-RENTES FRACTIONS GRANULOMETRIQUES INFERIEURES A 38 MICRONS, TELLES QUE DETERMINEES PAR LA DIFFRACTION DES RAYONS-X.

<u>échantillons</u>	fractions								
	<u>&lt; 2 µ</u>	2 <b>-</b> 10 u	<u>10-20 µ</u>	<u>20-30 μ</u>					
CR-1	92.0	84.0	67.0	48.5					
CR-2	79.0	77.5	55.5	20.0					
CR-3	83.0	81.0	70.0	50.0					
CR-4	79.5	74.5	55.0	25.0					
CR-5h	80.5	80.5	66.0	31.0					
CR-56	66.0	75.0	55.0	21.0					
CR-6h	57.5	48.5	33.5	9.0					
CR-6b	68.0	54.0	28.5	15.5					
CR-8	73.5	54.0	26.5	11.0					
CR-9h	66.0	68.5	36.0	11.0					
CR-9b	81.5	69.0	34.5	15.5					
CR-11	91.5	89.0	79.5	39.5					
CR-12	88.5	85.0	58.5	19.5					
CR-13	95.0	91.0	78.5	41.0					
CR-14	89.0	78.5	58.5	35.0					
CR-15	72.0	55.0	23.0	12.0					
CR-16	81.0	69.5	36.0	20.0					
CR-82(-28)	83.0	73.0	53.0	32.5					
CR-82 brut	82.0	74.0	48.0	22.0					
CR-H(-100)	43.5	31.0	14.9	1.0					
CR-H brut	86.5	73.5	46.5	16.0					

retrouve dans une proportion de 49 à 89%, passant à une variation plus étendue de 27 à 80% dans la fraction 10 à 20 microns. Enfin, la kaolinite n'apparait plus que dans une proportion de 9% dans la fraction 20 à 38 microns de l'échantillon le plus pauvre en argile mais occupe quand même 50% du matériel de l'échantillon le plus altéré.

Le fait de retrouver autant d'argile dans les fractions supérieures à 2 microns - plus de 80% de la kaolinite s'y retrouve chez la plupart des échantillons - porte à penser que cette argile pourrait bien n'être que des flocons de grains plus petits. L'observation de certaines de ces fractions au microscope électronique (figures 12, 13 et 14) a cependant révélé qu'il s'agissait bel et bien de gros cristaux de kaolinite correspondant aux dimensions des fractions examinées.

#### 3.6 RESULTATS DE L'ANALYSE GRANULO-MINERALOGIQUE

#### 3.6.1 Courbes granulo-minéralogiques

Les résultats de l'analyse minéralogique sont affichés au tableau 3. Ce tableau montre les teneurs (%) en kaolinite, andésine et en minéraux secondaires et accessoires dont l'importance relative a été calculée. La combinaison de ces résultats avec ceux de l'analyse granulométrique permet de

## TABLEAU 3

### <u>IDENTIFICATION ET IMPORTANCE</u> DES MINERAUX DANS LES ECHANTILLONS

<u>échantillon</u>	<u>%</u> d	<u>es min</u>	éraux seo k	<u>% rel</u>	• min	éraux	sec. e	t ac	ces.
	<u> </u>	A	acces.	<u> </u>	<u>Mq</u>	<u>mica</u>	<u>lim.</u>	Qz	<u>_Hb</u>
CR-1	57.0	42.7 74 5	0.3	100					
CR-3	37.2	61.9	0.9	50 50		25	25	· • •	
CR-5h	25.9 25.1	74.8		/U 			100		
CR-6h	19.5 5.4	78.5 94.1	2.2	5 50 70		t.r 50 70	95  20		
	3.2	94.2 96.3	0.5	30 30	20 20	30 30	20 20		
CR-9b	14.5	83.6		70	10	25 20	 10	 	
CR-12 CR-13	52.6 15.9	80.5	0.9 3.6	55	10	tr 30 70	10 5	tr tr	t.r
CR-14	23.2	73.2	1.9	2 <i>5</i> 70 20	tr	70 10	20 70	tr	с.р — —
CR-16	10.3	85.1	<b>4.6</b>	20 50	10	30	10		
CR-82(-28)	30.6	68.4	1.0	30	tr	30	30	<b></b>	
CR-82 brut CR-H(-100)	28.7 17.9	70.7 81.3	0.6 0.8	30 30	tr tr	30 30	30 30		
CR-H brut	23.2	76.2	0.6	t.r		80	20	tr	
carrière l* carrière 2*	20.3 20.8	7911 76.6	1.6 2.6	62 49	7 5	10 36	16 10	5 tr	tr tr

\* Moyenne ne tenant pas compte des échantillons CR-H et CR-82

.

-

.

K = kaolin Il = ilménite lim. = limonite Hb = hornblende A = andésine Mg = magnétite Qz = quartz

-

.

•

réaliser un profil de l'hétérogénéité du gisement, exprimé dans les courbes granulo-minéralogiques qui se retrouvent à l'annexe 3.

Sur ces figures, la courbe inférieure représente le contenu en kaolinite des échantillons alors que la courbe médiane représente la proportion de kaolinite plus les minéraux secondaires, d'où la possibilité de déterminer la proportion de minéraux secondaires par soustraction de la courbe inférieure. Enfin, la courbe supérieure est celle qui correspond à la granulométrie de l'échantillon et qui permet, par soustraction des autres courbes, de trouver la proportion d'andésine.

CR-1 est l'échantillon du gisement le plus riche en kaolinite avec une teneur de 57%. La proportion en minéraux secondaires est négligeable. Plus de 85% de cette kaolinite se retrouve dans la fraction inférieure à 20 microns. L'andésine ne commence à apparaitre de façon significative qu'au-delà de 60 microns. L'échantillon CR-2, qui se localise tout près de CR-1 dans le gisement, contient particulièrement beaucoup de minéraux indésirables qui se situent dans la fraction des sables moyens. Ces minéraux, qui atteignent près de 10% de l'ensemble de l'échantillon, sont constitués de 80% d'ilménite avec de la magnétite et du quartz. Leur présence près de la zone la plus riche, due probablement à un amas d'ilménite, peut

rendre l'exploitation du gisement plus difficile. L'échantillon le plus pauvre, CR-8 avec seulement 3% de kaolinite, se situe également dans la carrière no. l mais il est facilement repérable sur le terrain par son aspect massif.

Des courbes granulo-minéralogiques représentatives de l'ensemble de chaque carrière (figures 24 et 25) sont obtenues en faisant la proportion moyenne des minéraux de chacune des fractions granulométriques des échantillons. Leur similarité démontre à quel point la minéralisation et la granulométrie y sont semblables. La différence la plus remarquable se situe dans la proportion des minéraux secondaires qui est plus élevée dans la carrière no. 2. En effet, dans l'ensemble de la carrière no. 1, ces minéraux ne représentent que 1.6% du matériel pour une teneur moyenne en kaolinite de 20.3%. Par contre, dans la carrière no. 2, leur proportion grimpe à 2.6% avec une teneur moyenne en kaolinite de 20.8%. Plus de 80% de ces minéraux, surtout de l'ilménite et des micas, sont localisés dans la partie est de cette carrière (CR-12, CR-13 et CR-16). La proportion de minéraux indésirables est donc toujours très faible et ne devrait pas gêner l'exploitation.

De façon générale, la fraction argileuse ne contient que de la kaolinite. L'andésine fait son apparition au niveau des silts où elle partage également avec la kaolinite 30% du matériel



Figure 24 Courbe granulo-minéralogique moyenne de la carrière no. l



Figure 25 Courbe granulo-minéralogique moyenne de la carrière no. 2

total. Pendant que l'argile disparaît des fractions plus grossières, les minéraux accessoires se manifestent dans les fractions des sables fins et moyens avec l'andésine, alors que les sables grossiers ne contiennent que du feldspath sous forme de morceaux anorthositiques.

#### 3.6.2 Profils en kaolin des carrières

Les teneurs en kaolinite des échantillons replacés dans leur contexte géographique (figure 26) présentent une physionomie de l'hétérogénéité du gisement. Ces profils montrent un enrichissement vertical causé par le processus de transformation de l'andésine en kaolinite qui s'est effectué à partir de la surface.

Dans la carrière no. l, c'est la partie est qui est la plus riche, alors que c'est la partie ouest dans la carrière no. 2. Compte tenu que ces deux carrières se font face respectivement d'ouest en est, tel qu'illustré à la figure 4, il est tout à fait probable qu'entre les deux le matériel soit kaolinisé; mais à cet endroit, la topographie arrive au niveau du ruisseau et le mort-terrain devient trop épais pour une vérification.

Il convient de souligner que les faibles teneurs en kaolinite rencontrées dans les échantillons CR-6h et CR-6b de la carrière



Figure 26 Profils de l'hétérogénéité minéralogique dans les carrières no. l et no. 2, dans lesquels la variation des teneurs en kaolinite des échantillons montre l'enrichissement vertical

no. l tendraient à suggérer que ceux-ci ont été récoltés dans du mort-terrain, dont l'épaisseur n'a pu être déterminée de façon certaine. Si c'est le cas, le matériel a pu être lessivé d'une partie de son kaolin par les eaux de ruissellement, ce qui expliquerait ces faibles teneurs.

#### 3.7 MODIFICATION MINERALOGIQUE PAR TAMISAGE

L'examen des courbes granulo-minéralogiques moyennes des carrières (figures 24 et 25) montre qu'il est possible de rectifier la proportion des minéraux en modifiant la granulométrie par tamisage. Par exemple, un tamisage à 200 mailles fait grimper la teneur en kaolinite à 38%, mais ce faisant, cause le rejet de 59% du matériel constitué principalement d'andésine. Par contre, les minéraux accessoires sont presque éliminés.

A 100 mailles, la concentration en argile monte à 26% avec une récupération de 64%. Plus de 1% des minéraux indésirables se retrouve dans la récupération du matériel de la carrrière no. 2 et aucun dans celui de la carrière no. 1.

Un tamisage à 45 mailles n'enrichit pas le matériel en argile mais diminue un peu la teneur en minéraux accessoires qui passe de 1.7 à 1.0% dans la carrière no. 1 et de 2.6 à 2.0% dans la

carrière no. 2. La récupération se situe alors autour de 90%.

Ce schéma est valide dans la mesure où le matériel miné subit un traitement semblable à celui des échantillons lors de cette étude. Il faut surtout chercher à éviter un broyage vigoureux qui peut contribuer à contaminer le kaolin des fractions fines par l'apport de minéraux ferrugineux.

Les tableaux 4 et 5 indiquent l'effet du tamisage sur la minéralogie et la récupération du matériel des carrières.

En raison de la disparité granulo-minéralogique des échantillons causée par le processus d'altération, la méthode d'enrichissement par tamisage n'a pas le même effet partout dans le gisement. De façon à mettre en relief cet effet, des scénarios de tamisage ont été établis pour des séparation à 45M, 100M et 200M pour chaque échantillon, ce qui permet de visualiser l'enrichissement obtenu en kaolin sur les profils des deux carrières (figures 27, 28 et 29). La teneur des échantillons très riches se voit par exemple augmentée d'un facteur de 20 à 50% par un tamisage à 200M, alors que celle des échantillons les plus pauvres est littéralement triplée. Par contre, la récupération du matériel de ces derniers ne dépasse pas 20%, tandis qu'elle est autour de 55% chez les autres. A supposer que l'usine de traitement du matériel soit éloignée

## TABLEAU 4

# EFFET DU TAMISAGE (45M) SUR LA MINERALOGIE ET LA RECUPERATION DU MATERIEL DES CARRIERES

<u>échantillons</u>				tam	nisaqe				<u> </u>
		n	ul				à	<b>45</b> M	
	<u>_K</u>	<u> </u>		R		K	_ <u>A</u>	<u>    S     </u>	R
CR-1	57	43	0.3	100		58	42	0.3	98
CR-2	16	74	9.5	100		19	75	5.8	83
CR-3	37	62	0.9	100		37	62	0.6	97
CR-4	26	73	1.3	100		26	73	0.8	97
CR-5h	25	75	0.1	100		26	74	0.0	97
CR-56	19	79	2.2	100		19	80	1.1	96
CR-6h	5	94	0.5	100		7	99	0.2	85
CR-6b	5	94	0.5	100		<sup>′</sup> 8	91	0.5	66
CR-8	3	96	0.5	100		6	93	0.8	50
CR-9h	14	85	0.5	100		14	86	0.0	95
CR-96	15	83	1.8	100		13	86	1.2	97
CR-11	33	66	0.9	100		33	66	0.9	96
CR-12	16	80	3.6	100		17	80	2.7	88
CR-13	25	71	4.1	100		26	70	3.5	95
CR-14	25	73	1.9	100		24	74	1.7	95
CR-15	16	84	0.4	100		14	86	0.4	90
CR-16	10	85	4.6	100		10	97	2.8	89
carrière l	20	78	1.7	100		21	78	1.0	87
carrière 2	21	76	2.6	100		21	77	2.0	92

K = % kaolin (arrondi) A = % andésine (arrondi) S = % minéraux secondaires et accessoires R = % récupération (arrondi)

## TABLEAU 5

# EFFET DU TAMISAGE (100M ET 200M) SUR LA MINERALOGIE ET LA RECUPERATION DU MATERIEL DES CARRIERES

<u>échantillon</u>	<u>s                                    </u>				tamisage.				
		à 1	00M				à 2	00M_	
	K	_ <u>A</u>	_ <u>S</u>	_ <u>R</u>	-	K	_ <u>A</u>	<u>    S     </u>	R
CR-1	59	41	0.2	93		68	32	0.0	79
CR-2	25	73	1.8	60		39	61	0.3	38
CR-3	41	59	0.0	78		56	44	0.0	55
CR-4	30	69	0.6	77		41	59	0.0	54
CR-5h	33	67	0.0	72		48	52	0.0	48
CR-5b	22	77	0.9	68		35	64	0.5	40
CR-6h	13	87	0.4	46		20	80	0.0	25
CR-6b	14	85	0.5	37		22	78	0.4	23
CR-8	12	87	0.8	25		20	79	0.7	15
19-9h	19	81	0.0	63		30	70	0.0	37
CR-9b	18	81	0.7	67		33	67	0.3	36
CR-11	40	59	0.6	77		57	43	0.0	54
CR-12	<b>2</b> 0	77	2.6	65		34	65	1.3	38
CR-13	35	62	2.5	71		53	46	0.9	45
CR-14	28	61	1.4	71		38	62	0.2	45
CR-15	16	83	0.5	62		22	77	0.5	37
15-16	15	82	2.5	52		29	69	1.5	27
carrière l	26	73	0.6	62		37	63	0.2	41
carrière 2	26	72	1.7	66		39	60	0.7	41

K = % kaolin (arrondi) A = % andésine (arrondi)

S = % minéraux secondaires et accessoires

R = % récupération (arrondi)

.



Figure 27 Effet d'un tamisage à 45M sur la teneur en kaolinite du matériel des carrières



Figure 28 Effet d'un tamisage à 100M sur la teneur en kaolinite du matériel des carrières



Figure 29 Effet d'un tamisage à 200M sur la teneur en kaolinite du matériel des carrières des carrières, un tamisage à 200M signifierait le transport inutile de 80% de matériel stérile.

#### 3.8 DETERMINATION RAPIDE DE LA TENEUR DU SOL EN KAOLIN

Dans l'optique d'une exploitation rationnelle des carrières, le meilleur scénario consiste à ramasser le matériel de haute teneur tout en rejetant la roche pauvre. On évite de cette manière le transport de matière stérile qu'il est nécessaire d'éliminer par tamisage. Une séparation des grosse particules sur un tamis de 45 mailles suffit pour écarter le matériel indésirable. En ce sens le profil des teneurs dans les carrières devient un outil de travail fort utile.

Toutefois, en raison même du processus de kaolinisation de la roche, la teneur des zones kaoliniques risque de changer de façon brutale en creusant les fronts de taille. C'est pourquoi il convient de rechercher un moyen rapide de connaitre la teneur en kaolinite du matériel extrait, de façon à sélectionner ce qui est envoyé au moulin. Dans cette optique, trois méthodes d'estimation différentes, basées sur les propriétés des argiles, ont été développées: la capacité d'adsorption au bleu de méthylène, la perte au feu et la teneur en particules fines.

#### 3.8.1 L'adsorption de bleu de méthylène

Lorsque du bleu de méthylène est mis en présence de particules d'argile en suspension dans l'eau, une couche monomoléculaire de bleu se dépose sur leurs surfaces externes et internes. Le taux d'adsorption est directement relié à la surface spécifique des cristallites et, partant, de leur quantité dans un sol.

L'essai au bleu de méthylène, appelé aussi test de la tache, consiste à ajouter du bleu à une solution contenant 30 grammes de sol tamisé à 30M jusqu'à ce qu'un excès de bleu se manifeste. Cet excès se caractérise par une auréole bleu pâle qui sort de la tache produite lorsqu'une goutte de solution de sol est déposée sur un papier filtre (figure 30).

Le mode opératoire complet de cette méthode, inspirée de la norme BNQ 2560-255 (Bureau de Normalisation du Québec, 1982), est décrite à l'annexe 4.

Tous les échantillons des deux carrières, incluant CR-82 brut et CR-H brut, ont subi l'essai au bleu. Un échantillon d'anorthosite broyée, possédant une courbe granulométrique similaire à la moyenne des échantillons, a servi à évaluer la quantité de bleu adsorbée par ce type de roche dans les échantillons. 81.



Figure 30 Photographie d'un essai de tache de bleu de méthylène; le sol devient sursaturé de bleu lorsqu'une auréole bleutée sort de la tache (essai positif); la dimension réelle des taches apparait au-dessus de l'échelle

#### 3.8.2 Perte au feu

La perte au feu est une mesure du poids de l'eau contenu dans la structure des phyllosilicates. Elle est obtenue par différence de masse du sol après chauffage à 900°C pendant une heure pour des échantillons préalablement séchés 24 heures à 110°C. La perte au feu est donc proportionnelle à la quantité d'argile contenue dans le sol. Un échantillon d'anorthosite broyé a également servi à estimer la perte au feu attribuable à cette dernière.

#### 3.8.3 <u>Teneur en particules fines</u>

Puisque le kaolin occupe les fractions fines du sol, il existe une relation évidente entre la quantité en argile du sol et sa proportion en éléments fins.

Deux essais de corrélation ont été réalisés en utilisant les courbes granulométriques: l'un avec les fractions inférieures à 200M et l'autre avec les fractions inférieures à 20 microns.

## 3.8.4 <u>Résultats et choix de la méthode</u>

Le tableau 6 regroupe les résultats de corrélation obtenus en utilisant chacune des méthodes mentionnées plus haut.

## TABLEAU 6

.

## CORRELATION ENTRE LA TENEUR EN KAOLINITE DES ECHANTILLONS ET L'ADSORPTION DE BLEU DE METHYLENE, LA PERTE AU FEU ET LA CLASSE GRANULOMETRIQUE

						·····
<u>échantillon</u>	kaoli	n (%)	ads. de	perte au	< 200M	< 20 µ
	total	< 30M	<u>bleu (ml)</u>	feu (g)	(%)	(%)
CR-1	57.0	57.1	46	7.71	79.6	59.5
CR-2	16.0	17.3	14	3.12	38.8	18.5
CR-3	37.2	37.0	28	5.80	54.8	30.0
CR-4	25.9	25.5	24	4.01	53.4	27.5
CR-5h	25.1	24.9	22	3.89	47.7	25.0
CR-56	19.3	19.0	16	2.95	40.6	17.5
CR-6h	5.4	5.9	6	1.80	25.9	11.0
CR-6b	5.3	7.2	8	1.77	21.8	9.5
CR-8	3.2	5.5	8	1.24	13.9	5.5
CR-9h	14.3	13.6	12	2.50	37.7	16.5
CR-9b	14.6	14.1	12	2.27	37.1	15.5
CR-11	32.6	32.3	28	5.23	54.3	30.0
CR-12	2 15.9 16.3		12	2.45	38.0	12.0
CR-13	25.2	25.1	24	4.06	44.2	21.0
CR-14	24.9	24.0	22	3.82	44.2	17.0
CR-15	16.0	13.7	16	2.93	38.2	11.5
CR-16	10.3	10.3	8	1.72	26.9	10.0
CR-82 brut	28.7	28.4	28	4.56	54.4	31.1
CR-H brut	23.2	22.9	24	3.67	49.5	26.0
Anorthosite	0.0	0.0	2	0.91		
			07 7	00.0		05.7
coer. corr.(p)			97.7	98.8	96.6	95.5
rágrassion	V	V I	v!=1.22v	v-8.33v	v-0.84v	v-0.99v
10910331011	У	у	-1.39	-6.83	-14.37	+0.40

L'excellence de ces corrélations, tel qu'illustrée par les droites de régression des figures 31 à 34 et par les coefficients de corrélation correspondants, démontrent que l'une ou l'autre des méthodes peut être employée indifféremment pour l'évaluation du sol en kaolinite.

Bien que c'est la perte au feu qui affiche la meilleure corrélation avec 98.8%, le choix de la méthode doit reposer sur la facilité de son application et sur la disponibilité et le coût de l'appareillage. Dans ce contexte, et compte tenu que le travail doit se faire directement sur le terrain, la méthode de la capacité d'adsorption au bleu de méthylène offre le plus d'avantages. L'appareillage est simple et peu coûteux et la corrélation s'avère suffisamment élevée pour un contrôle rigoureux du matériel aux fins d'exploitaiton.

La méthode granulométrique peut également être utilisée mais elle exige le développement d'une méthode de désagrégation adéquate comme celle utilisée en laboratoire. Cette difficulté réglée, il suffit d'effectuer un tamisage du sol à 200 mailles, de peser l'une ou l'autre des fractions séparées et de calculer la teneur en argile à l'aide de l'équation de la droite de régression donnée au tableau 6. Un tamisage par voie humide est préférable afin d'éviter le phénomène d'enrobage des grosses particules par les fines, phénomène qui survient lors



Figure 31 Corrélation entre la teneur en kaolinite des échantillons et leur capacité d'adsorption de bleu de méthylène



Figure 32 Corrélation entre la teneur en kaolinite des échantillons et la perte au feu

Figure 34 Corrélation entre 1 des échantillons et riel < 20 microns <u>]</u> a teneur en kaolinite la quantité de maté-





1



d'une séparation à sec. Toutefois, un étuve est requise pour procéder à l'assèchement des fractions tamisées.

La méthode par perte au feu est des plus simples et donne une excellente corrélation, mais elle exige un four électrique de grande puissance ainsi qu'une balance de précision. Elle convient plutôt aux essais de laboratoire.

Quant à la méthode granulométrique au-dessous de 20 microns, même si elle donne directement la teneur en kaolinite, avec une corrélation supérieure à 95%, il est nécessaire de procéder par sédimentométrie dans des conditions controlées de température, ce qui n'est guère pratique. Une balance de précision est également requise.

#### CHAPITRE 4

## EFFET DE L'HETEROGENEITE DU GI-SEMENT SUR LA MOUSSE D'ARGILE

Le personnel du CRIQ, en collaboration avec l'auteur, a mis au point un procédé de moussage, séchage et cuisson propre à transformer l'argile kaolinique de Château-Richer en un produit fini, dont les caractéristiques physiques correspondent aux exigences désirées.

Pour développer ce procédé, il a fallu disposer d'une quantité importante de matériel puisé dans la carrière no. l à l'aide d'une pelle mécanique. Il s'agit de CR-82(-28) qui a subi un broyage à l'usine-pilote du Centre de Recherche Minérale du Québec (CRM). Ce traitement a provoqué une contamination en feldspath des particules fines du matériel, dont la teneur générale en kaolinite est de 31%. C'est donc un matériel un peu plus riche que la moyenne du gisement - 21% de kaolinite et qui ne représente pas toute la gamme des teneurs rencontrées dans les deux carrières. C'est pourquoi il s'est avéré nécessaire de tester le procédé de fabrication des mousses en utilisant une série d'échantillons représentatifs de l'hétérogénéité du gisement, de façon à mieux cerner les limites du procédé mis au point avec CR-82(-28).

Pour ce faire, quatre échantillons ont été sélectionnés parmi ceux qui étaient disponibles, deux d'entre eux représentant les teneurs extrêmes rencontrées, les deux autres constituant des teneurs intermédiaires.

#### 4.1 CHOIX DES ECHANTILLONS A MOUSSER

L'échantillon CR-1 a été choisi comme matériel riche en kaolin, avec un contenu en kaolinite estimé à 57.1% et comme matériel pauvre, CR-6h avec 5.5% d'argile. CR-H brut, contenant 23.1% de kaolinite, et CR-9b, d'une teneur de 14.3%, ont servi en tant que matériel de composition intermédiaire. Les résultats de l'analyse minéralogique n'étant pas connus au moment des essais de moussage, ce sont ceux du test au bleu de méthylène qui ont constitué le critère de sélection avec des adsorptions au bleu bien étalées de 6, 12, 24 et 50 ml, du plus pauvre au plus riche matériel.

Bien que l'échantillon CR-8 soit en fait le matériel le plus pauvre du gisement, il a été délibérément écarté comme choix pour ces tests, puisqu'il doit de toute façon être considéré comme matériel stérile lors d'une éventuelle exploitation du gisement. Son aspect massif le rend facilement identifiable sur le terrain. Il pourrait, à la rigueur, servir à augmenter la portion feldspathique du matériel au besoin.

#### 4.2 TRAITEMENT DES ECHANTILLONS

Les échantillons, préalablement séchés en étuve à 60 °C, ont subit un broyage de 15 minutes au broyeur à meules Mix-Muller, dont les roues ont été recouvertes de caoutchouc. Par la suite, les morceaux grossiers, composés d'agrégats et d'anorthosite peu altérée, ont été séparés à sec sur un tamis de 40M et éliminés.

#### 4.3 FORMULATION

Lors des essais de moussage, la formulation utilisée comprenait 80% de matériel de Château-Richer, les 20% restant étant des additifs divers (fondants, stabilisants, etc.).

Comme l'argile est un minéral très adsorbant, sa teneur dans le matériel doit être suivie par un ajout d'eau correspondant, ceci afin d'assurer une mousse de consistance régulière. Ainsi, l'échantillon CR-l a requis 56% de son poids sec en eau, alors que CR-6h n'en a reçu que 45%. C'est la consistance de la barbotine qui a servi de guide pour estimer la masse de liquide à incorporer.

#### 4.4 PROCEDE DE MOUSSAGE

Les divers ingrédients sont combinés dans un malaxeur à béton, de façon à obtenir une barbotine homogène. Une mousse, fabriquée séparément avec du savon et de l'eau, est incorporée à cette barbotine jusqu'à l'obtention d'une densité de 0.8  $q/cm^3$ .

La mousse est ensuite coulée sous forme de plaques dans des moules rectangulaires en tôle ajourée d'environ 6 cm x 45 cm x 60 cm, dont les parois intérieures sont préalablement tapissées de papier buvard, puis mise à sécher dans un séchoir ventilé.

Il faut au moins 10 kilos d'échantillon pour effectuer le moussage du matériel dans la bétonnière. Ne disposant que de 5 kilos de l'échantillon CR-6h lors des essais, le moussage de ce matériel s'est effectué de façon manuelle en se servant d'une chaudière de plastique comme contenant.

La densité des mousses d'argile avant séchage, controlée par la quantité de mousse de savon ajoutée, variait de 0.79 à 0.80  $q/cm^3$ .

#### 4.5 SECHAGE

#### 4.5.1 Procédé de séchage

La mousse d'argile est un produit céramique qui, en tant que tel, doit subir un séchage en deux phases: un séchage lent à basse température suivi d'un séchage rapide à température plus élevée. La première phase est critique car elle entraîne un retrait du corps céramique, causé par le départ de l'eau libre qui doit circuler de façon capillaire entre les particules de solide pour atteindre la surface où elle s'évapore. Ceci crée une désorganisation de la structure qui se stabilise au moment où les particules entrent en contact entre elles, stoppant le processus de retrait. Si l'évaporation est trop rapide, il peut se former une croûte à la surface du gâteau, ce qui provoque à l'intérieur du corps une forte pression capillaire qui conduit au phénomène de fissuration. Avec les mousses d'argile, ce phénomène se trouve amplifié par la présence des bulles qui sont en grande partie soutenues par la tension superficielle créée par l'agent moussant. Le squelette ainsi formé est fragile et sensible au taux d'évaporation. Lorsque l'eau libre est complètement évaporée, le produit ne prend plus de retrait et peut alors subir un séchage au dessus de 100°C, dont le but est d'éliminer plus rapidement l'eau adsorbée par les particules.

La quantité d'eau libre et d'eau adsorbée que peut retenir un matériel est directement proportionnelle à la surface spécifique totale offerte par les particules, donc indirectement à son contenu en argile. Par conséquent, les matériaux les plus difficiles à sécher font partie de ceux qui contiennent le plus d'argile ou dont la granulométrie est la Simon (1979) a soutenu une thèse de doctorat à plus fine. Paris portant sur les facteurs de la résistance mécanique des mousses d'argile. Des 27 crus utilisés pour la fabrication de mousses, ce sont ceux qui présentaient la surface spécifique la plus faible qui montraient le plus d'aptitude au séchage, en l'occurrence les crus composés d'argile kaolinique. Les argiles à forte capacité d'adsorption au bleu de méthylène, telles que les illites et les montmorillonites, étaient inséchables sans fissuration. L'ajout d'un dégraissant en faible quantité, tel qu'une chamotte, de la syénite à néphéline ou simplement un feldspath, améliore le séchage en abaissant la surface spécifique. A forte dose cependant, l'homogénéisation du matériel devient plus difficile, ce qui peut entraîner de la micro-fissuration lors du séchage des mousses, en en diminuant la résistance mécanique.
#### 4.5.2 <u>Résultats du séchage</u>

Dans le cas des mousses produites au CRIQ avec du CR-82(-28), l'ajout de certaines substances au matériel de base a grandement facilité le séchage qui, autrement, menait à la fissuration de la mousse, même avec des montées graduelles de température échelonnées sur l6 heures. Grâce à ces ajouts, un séchage de huit heures à 78 °C suivi d'un cycle de quatre heures à 100 °C n'a provoqué aucune fissure apparente sur ce matériel.

En utilisant ce scénario avec les quatre échantillons testés, les mêmes résultats qu'avec le CR-82(-28) ont été obtenus au sortir du séchoir. Les différences les plus remarquables entre les échantillons se situaient au niveau de la couleur, dont la gradation allait du blanc (CR-1) au brun pâle (CR-6h) suivant la concentration en feldspath. Certaines mousses étaient également plus solides que d'autres. Ainsi les mousses fabriquées à partir de CR-H et CR-6h étaient très solides alors que la mousse faite de CR-l s'est avérée un peu tendre quoique très acceptable. Quant au matériel CR-9h, sa mousse, dont une partie est restée collée au papier buvard, constituait un matériau fragile. Un examen visuel de sa structure a révélé une mauvaise homogénéisation de certains constituants qui a laissé des pores ouvertes très irréqulières et a probablement entraîné une micro-fissuration à la suite du séchaqe. Les pores des autres mousses, quant à elles, étaient plus sphériques.

Au point de vue densité, une légère variation de 0.50 à 0.54  $g/cm^3$  fut constatée. Le tableau 7 résume les principales caractéristiques des mousses après séchage.

#### 4.6 CUISSON

#### 4.6.1 Procédé de cuisson

Chaque échantillon de mousse fut coupé en quatre morceaux de 7.6 x 12.7 x 3.8 cm, lesquels ont été cuits respectivement à des températures de 1 200°C, 1 225°C, l 250°C et 1 275°C afin d'en étudier les variations de couleur, de densité, de retrait et de résistance mécanique en fonction de la température de cuisson et de la minéralogie de la matière première.

Le programme de cuisson comportait une montée de température de 150°C à l'heure avec un palier d'une heure à la température maximale.

Les tests de résistance mécanique en compression furent réalisés sur un appareil Instrom 1001 AA.

#### 4 6.2 Résultats de cuisson

Le tableau 8 résume les propriétés physiques des quatre mousses

## TABLEAU 7

## CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DES MOUSSES SECHEES

MATERIEL	COULEUR	COHESION	DENSIJE (g/cm <sup>°</sup> )
CR-1	blanc	tendre	0.50
CR-H	beige	très solide	0.54
CR-9h	beige grisâtre	fragile	0.51
CR-6h	brun	très solide	0.53

.

## TABLEAU 8

## RESULTATS DE CUISSON

.

<u>échantillon</u>	<u>T (°C)</u>	retrait (%)	densité _(g/cc)	rés. méc. en compr. (Kq/cm <sup>2</sup> )	couleur
CR-1 (57% К)	1 200 1 225 1 250 1 275	6.53 6.56 8.27 11.86	0.534 0.549 0.552 0.606	17.02 16.52 24.55 34.52	beige rosé pâle beige rosé pâle beige rosé pâle beige foncé
СR-Н (23% К)	1 200 1 225 1 250 1 275	3.01 3.32 3.57 7.11	0.533 0.535 0.538 0.565	12.85 14.07 16.59 15.71	beige beige brun pâle orangé brun pâle orangé
CR-9h (14% K)	1 200 1 225 1 250 1 275	2.79 3.97 5.93 8.54	0.499 0.496 0.542 0.553	3.01 3.16 4.69 4.13	brun rosé pâle brun rosé pâle brun rosé pâle brun gris
СR-6h (5% К)	1 200 1 225 1 250 1 275	3.33 4.82 7.54 11.43	0.520 0.544 0.622 0.705	8.77 8.87 14.58 16.82	orange pâle brun orangé brun gougeâtre brun foncé

d'argile après cuisson à des températures de l 200°C à l 275°C, alors que les figures 35 à 38 en montrent l'aspect physique. La quantité restreinte des essais ne permet pas d'établir statistiquement les paramètres qui ont conduit à l'obtention de la mousse la mieux réussie. Ces paramètres sont trop nombreux et leurs interactions par trop imprévisibles pour être controlés efficacement. Toutefois, certaines relations ressortent clairement avec l'augmentation de la température de cuisson: la couleur des briquettes s'intensifie, la résistance mécanique augmente ainsi que le retrait et la densité, tandis que la porosité diminue.

Les variations de retrait, de densité et de résistance mécanique en compression avec l'augmentation de température de cuisson des mousses d'argile apparaissent de façon évidente à l'examen de la figure 39. De manière générale, une augmentation de la température de cuisson s'accompagne d'un accroissement de ces propriétés physiques qui se fait sentir plus particulièrement à partir de l 225 °C. Cependant, toutes les mousses ne réagissent pas de la même manière aux poussées de température et c'est là où réside le choix de l'échantillon pour la fabrication des mousses. Parmi ces échantillons, il faut rechercher celui qui, pour une température choisie, affichera la meilleure résistance mécanique, compte tenu d'une faible densité et d'un retrait peu important.



Figure 35 Photographie des briquettes de mousse d'argile fabriquée à partir de CR-1, après cuisson à différentes températures



Figure 36 Photographie des briquettes de mousse d'argile fabriquée à partir de CR-H, après cuisson à différentes températures



Figure 37 Photographie des briquettes de mousse d'argile fabriquée à partir de CR-9h, après cuisson à différentes températures



Figure 38 Photographie des briquettes de mousse d'argile fabriquée à partir de CR-6h, après cuisson à différentes températures



Figure 39 Variation dans le retrait (a), la densité (b) et la résistance mécanique en compression (c) des mousses d'argile avec la température de cuisson et la composition minéralogique

1Ó4

Au chapitre de la résistance mécanique, la plus faible performance appartient à CR-9h, dont la fragilité avait déjà été constatée lors du processus de séchage. Cette fragilité, due à une mauvaise homogénéité des ingrédients lors du moussage, s'est répercutée à la cuisson. Cet échantillon ne sera donc pas considéré dans l'évaluation des résultats. Quant aux autres échantillons de mousse, leur résistance mécanique après cuisson semble directement reliée à leur contenu en kaolin.

Pour expliquer l'origine de ces résultats et comprendre les facteurs qui relient les propriétés physiques entre elles avec le contenu en kaolin aux différentes températures de cuisson, il faut regarder les phénomènes et les diverses réactions qui surviennent lors de la cuisson d'un matériau céramique.

Ces réactions sont: la formation d'un verre amorphe ou vitrification, la transformation de la kaolinite en mullite, le frittage et l'oxydation du fer contenu dans le matériel, pour ne nommer que les principales.

La vitrification peut débuter à partir de 900°C, dépendamment de la quantité de dégraissant présent. Ce dernier réagit avec les autres constituants pour former un liquide dont la proportion s'accroit avec la température. En même temps, le

corps céramique se contracte et la porosité diminue, mais la solidité de l'ensemble s'en trouve améliorée par la formation d'une matrice de verre liant les particules ensemble.

Le frittage est une réaction de diffusion d'atomes qui soude les particules en contact, sans nécessairement qu'un liquide ne soit produit. Ainsi, la surface diminue par rapport au volume, les pores du squelette tendent à s'éliminer et les particules deviennent moins nombreuses et plus larges. Il en résulte une densification qui se manifeste par une augmentation du retrait et de la résistance mécanique.

La formation, autour de l 100°C, de fines aiguilles de mullite, de dureté équivalant deux à trois fois celle de la kaolinite d'où elle origine, constitue un réseau dont la solidité tient à l'enchevêtrement des cristaux. La résistance mécanique de l'ensemble s'accroît avec la quantité de kaolinite transformée en mullite, laquelle augmente avec la température (Simon, 1979).

L'intensification de la couleur des briquettes avec la température (figures 35 à 38) est conséquente au degré d'oxydation du fer contenu dans le matériel. Cette réaction, qui s'opère dans l'atmosphère oxydante du four électrique utilisé, transforme le fer ferreux en fer ferrique, d'où

l'apparition d'une coloration rouge à orangée. Parallèlement, pour une même température de cuisson, la couleur du matériau tend à s'accentuer avec l'appauvrissement en kaolin. C'est que l'andésine, en agissant comme fondant, amplifie le processus d'oxydation des minéraux ferreux présents dans le matériel. Ce phénomène est bien illustré à la figure 40, où les briquettes qui y apparaîssent, cuites à la même température de l 230°C, ont été classées selon l'intensité de leur coloration. Or, si l'on dispose ces briquettes suivant leur contenu en kaolin, on arrive au même résultat. Des effets de coloration peuvent ainsi être produits volontairement en réglant la proportion d'andésine et de kaolinite ou en ajoutant du fer.

Du coté de la résistance mécanique, la quantité de kaolinite dans la matière première favorise cette propriété dès le départ, comme l'indique la figure 39. Il semble que l'augmentation de la surface spécifique créée par la présence de kaolinite dans le matériau favorise la réaction de frittage en créant plus de contacts entre les particules. Avec l'accroissement de température, cette réaction de frittage s'amplifie en même temps qu'augmente la transformation de kaolinite en mullite, ce qui accroit la solidité de la structure et la résistance mécanique de l'ensemble. Cependant, ces phénomènes s'accompagnent d'un retrait important du



Figure 40 Photographie de briquettes de mousse d'argile fabriquée à partir de différents matériels de Château-Richer, après cuisson à une température de 1 230°C matériau sans un changement notable de la densité. Par contre, le matériel à faible contenu en kaolinite, comme l'échantillon fabriqué à partir de CR-6h, affiche une forte augmentation de la densité et du retrait avec l'accroissement de la température, due à la présence d'une forte quantité d'andésine qui tend à faire fondre le matériau et même à le déformer (figure 38), sans une augmentation appréciable de sa résistance mécanique.

Un juste milieu dans l'effet produit par les réactions au chauffage est obtenu avec l'échantillon CR-H qui contient 23% de kaolinite. La densité et le retrait demeurent à un très bas niveau jusqu'à l 250 °C avec une bonne résistance mécanique. Il semble qu'il ne soit pas nécessaire d'aller à une température de cuisson de plus de l 225 °C pour l'obtention des caractéristiques maximales avec ce produit. Au delà de l 250 °C, les effets de cuisson dans le niveau des performances sont inversés.

En résumé, le matériel qui constitue le meilleur compromis en regard des caractéristiques recherchées est sans nul doute CR-H, avec un contenu en kaolinite de 23% qui correspond justement à celui que l'on retrouve dans l'ensemble du gisement. Sa courbe granulo-minéralogique est également similaire à celle de la moyenne des carrières.

Si une meilleure résistance mécanique est recherchée, il suffit d'accroitre le contenu des mousses en argile et d'augmenter la température de cuisson autour de l 250°C.

#### CHAPITRE 5

#### CONCLUSION

Cette étude a permis de mesurer l'ampleur de l'hétérogénéité du gisement où les processus d'altération ont créé des zones très riches en kaolinite, dans lesquelles se localisent des poches plus ou moins massives d'anorthosite. La présence de cette kaolinite ne peut pas être déterminée par des méthodes conventionnelles d'investigation où la fraction inférieure à deux microns sert habituellement d'indicateur.

Parce que les particules ne subissent aucun transport, le phénomène de transformation de l'andésine en kaolinite peut créer des grains d'assez larges dimensions qu'il convient alors d'analyser au moyen des techniques de diffraction-X. Ainsi, l'échantillon le plus riche des carrières, CR-1, ne contient que l2% de particules inférieures à deux microns, alors que l'analyse à la diffration des rayons-X a révélé une teneur en argile de plus de 57%. Cette teneur peut être plus facilement déterminée en utilisant le test au bleu de méthylène, dont l'adsorption par les particules argileuses est directement proportionnelle à leur quantité dans le matériel.

Les essais de fabrication de mousses d'argile à partir de matériel ayant un contenu très varié en kaolinite, représentant les zones hétérogènes du gisement, ont révélé que le succès de fabrication résidait autant dans le procédé de moussage que dans le choix des matières premières. Il faut en effet souligner que les efforts mis de l'avant par le personnel du CRIQ pour affiner la technique de moussage par l'emploi de certains additifs, permettent d'envisager la fabrication de mousses d'argile en utilisant du matériel presque dépourvu d'argile, en autant qu'une certaine granulométrie est respectée. Toutefois, considérant les caractéristiques physiques recherchées dans ce produit, notamment au niveau de la résistance mécanique, un matériel feldspathique contenant autour de 23% de kaolinite et cuit à 1 225°C avec un palier d'une heure donnera les meilleurs résultats. Or il est intéressant de constater que cette teneur correspond à la moyenne retrouvée dans les carrières. Une homogénéisation du matériel lors de l'exploitation du gisement donnerait donc, en principe, cette teneur recherchée de 23%.

Par ailleurs, le comportement mécanique des mousses peut être nettement amélioré en utilisant un matériel plus riche, dont la sélection in situ se réalise aisément grâce au test au bleu de méthylène. Les mousses doivent alors être cuite à une température plus élevée, mais ne dépassant pas 1 250°C car le

retrait devient alors plus important.

D'autre part, il est possible d'augmenter la teneur d'un matériel qui est déjà extrait en procédant à un tamisage sélectif à l'usine de traitement. Le choix du tamis à utiliser dépend de la granulométrie et de la proportion des minéraux dans le matériel de départ et de la teneur en kaolinite recherchée. A cet effet, les courbes granulo-minéralogiques des échantillons deviennent des outils pratiques, puisqu'elles permettent de visualiser directement les effets du tamisage sur la minéralogie du matériel, déterminée rapidement par l'essai au bleu de méthylène, et d'en mesurer le taux de récupération.

Si aucun enrichissement particulier n'est envisagé avant le traitement, il est recommandé de sécher le matériel des carrières sur des plaques chauffantes et d'enlever les matières organiques en évidence. Cette opération sera suivie d'une désagrégation à sec du matériel en utilisant un broyeur à meule dont l'efficacité sera réglée en fonction de la teneur en kaolinite désirée. De cette manière, si le matériel est déjà très riche en kaolin, un broyage plus intensif l'enrichira en feldspath, tandis qu'un broyage plus léger sera requis pour le matériel pauvre. Un tamisage consécutif à 45M aura pour effet de retenir l'anorthosite excédentaire et d'éliminer une bonne

partie des minéraux secondaires ferrugineux qui sont responsables de la coloration du matériel. A ce stade, en pratiquant une détermination de teneur en argile sur le matériel à l'aide du test au bleu de méthylène, divers lots de différentes teneurs en minéraux peuvent être constitués puis mélangés par la suite pour alimenter l'usine de fabrication avec du matériel homogène. Plusieurs scénarios différents peuvent donc être envisagés pour satisfaire les exigences de l'industrie.

#### REFERENCES

- ASTM D2217, 1978. Wet preparation of soil samples for particle size analysis and determination of soil constants.
- BUREAU DE NORMALISATION DU QUEBEC, 1982. Norme BNQ 2560-255. Granulats - Essai au bleu de méthylène. Ministère de l'Industrie, du Commerce et du Tourisme, Québec.
- CIMON, J., 1969. Etude de la kaolinisation d'une anorthosite à Château-Richer, Comté de Montmorency, Québec. Mémoire de maîtrise, Université Laval, Québec. 82 p.
- GIBBS, R.J., 1967. Quantitative X-Ray diffraction analysis using clay mineral standards extracted from the samples to be analyzed, Clay Minerals, V. 7, pp. 79-90.
- GIBBS, R.J., 1965. Error due to segregation in quantitative clay mineral X-Ray diffraction mounting techniques. The American Mineralogist, V. 50, pp. 741-751.
- GIRARD, H., 1960. Rapport no. 2 sur le gîte de kaolin de Québec Clay Mining LTD, Toronto, Ontario (non publié)
- HUBBARD, C.R. and SMITH, D.K., 1976. Experimental and calculated standards for quantitative analysis by powder diffraction. Dans: MC MURDIE, H.F. Advances in X-Ray analysis, V. 20. Plenum Press. N-Y. pp. 27-39.
- KLUG, H.P. and ALEXANDER, L.E., 1954. X-Ray diffraction procédures. N-Y. John Wiley, 415 p.
- KLUG, H.P. and ALEXANDER, L.E., 1974. X-Ray diffraction procédures, second edition. N-Y. John Wiley, pp. 365-368.
- KRUMBEIN, N.C. and PETTIJOHN, F.J., 1938. Manuel of sedimentary petrography. Appleton-Century-Crafts. N-Y. 549 p.
- LOOMIS, G.A., 1938. Grain size of Whiteware Clays, as determine by the Andreasen pipette. Journal of the American Ceramic Society, V. 21, pp. 393-399.

SABOURIN, R., 1973. Géologie d'une partie de la Seigneurie de Beaupré. Rapport Préliminaire. MER, 19 p.

- SIMON, J.M., 1979. Etude des facteurs de la résistance mécanique des mousses d'argile. Thèse de doctorat. Université Pierre et Marie Curie. Paris VI. 167 p.
- TREMBLAY, M. et CARIGNAN, J., 1985. Réduction des effets d'orientation dans le dosage des minéraux phylliteux par diffraction des rayons-X par la méthode de l'aérosol. Rapport soumis au CRM par le Centre d'étude sur les ressources minérales, UQAC. 29 p.
- TURGEON, J., 1981. Broyage et tamisage de kaolin. Rapport d'étape. Isofab Inc. Projet 2016. CRM, Usinepilote, MER, 7 p.
- TURGEON, J., 1982. Broyage de kaolin. Rapport final. Isofab Inc. Projet 2016 - Phase II. CRM, Usinepilote, MER, 14 p.
- WALKER, W.B.G., 1962. Report on the Property of QCM. Indusmin LTD. Toronto, Ontario (non publié).

## DEFLOCULATION ET DISPERSION DU MATERIEL

#### DEFLOCULATION ET DISPERSION DU MATERIEL

En vue de leur analyse granulométrique, les échantillons du gisement de kaolin de Château-Richer doivent être soumis à un traitement chimique et mécanique propre à séparer les particules d'argile entre elles.

Au sortir du broyeur à meules Mix-Muller, dont l'action consiste à séparer les cristaux d'argile des grains de feldspath dans l'anorthosite altérée, le matériel subit une défloculation au pyrophosphate de sodium accompagnée d'un brassage mécanique. Le mode opératoire est le suivant:

- Placer 50 g de matériel dans un bocal en nalgène à large goulot, d'une capacité de l litre;
- Ajouter 600 ml d'eau déionisée et laisser reposer 24 heures;
- 3) Ajouter ensuite 30 ml de pyrophosphate de sodium (49.1 g/1) et faire tourner sens dessus dessous pendant 17 heures. Cette dernière opération s'effectue en plaçant un ou plusieurs bocaux de l litre de travers dans un plus grand bocal que l'on fait tourner sur un appareil à rouleaux destiné aux mélanges céramiques.

## METHODE DE SEPARATION DES PARTICULES INFE-RIEURES A 38 MICRONS (400M) PAR SEDIMENTATION

## METHODE DE SEPARATION DES PARTICULES INFE-RIEURES A 38 MICRONS (400M) PAR SEDIMENTATION

La technique de séparation des particules inférieures à 38 microns (400M) par sédimentométrie a été réalisée sur une prise d'essai de 50 grammes d'échantillons.

Le matériel, aussi défloculé et dispersé que possible (voir l'annexe l), est versé directement à partir du bocal ayant servi à la défloculation, sur trois tamis superposés de 100M, 200M et 400M qui reposent dans un large bassin destiné à recevoir le matériel passant et l'eau de lavage

Le matériel est lavé soigneusement en faisant passer un jet d'eau déionisée à travers les tamis. Lorsque l'eau de lavage devient claire, les rejets sont séchés à 110°C et tamisés à sec en utilisant toute la gamme de tamis reliés à l'analyse granulométrique des particules supérieures à 38 microns (400M). Les particules traversant le tamis 400M lors de ce tamisage sont rajoutées au matériel de lavage de la fraction inférieure à 38 microns reposant dans le bassin.

Cette dernière fraction, accompagnée maintenant de 4 à 5 litres d'eau, est transférée dans des cylindres pour une séparation granulométrique par sédimentation. La durée de la sédimentation se calcule en fonction de la hauteur de décantation et de la grosseur des particules à séparer. La formule employée suit la loi de Stoke selon laquelle la vitesse de chute d'une particule sphérique dans un liquide est proportionnelle à son diamètre:

$$v = g (S_p - S_1) D^2/18\eta$$

Alors: 
$$v = 9906.11 D^2$$

En remplaçant v par h/t, la formule s'écrit:

$$t = 165.10 h/D^2$$

Les décantations se font d'abord dans des cylindres de l litre puis dans des pipettes d'Andréasen qui sont munies d'un siphon. Au bout de 14 heures et 43 minutes, la suspension est siphonnée sur une hauteur de 21.5 cm. La fraction ainsi retirée ne contient que des particules inférieures à 2 microns. Cependant, la suspension laissée dans le cylindre renferme encore de ces particules qui, occupant divers niveaux dans le cylindre lors de la mise en suspension, reposaient déjà au fond au moment de la décantation. Par conséquent, la sédimentation doit être répétée une dizaine de fois, en rajoutant à chaque fois de l'eau déionisée, pour arriver à une séparation presque totale. Théoriquement, il est impossible d'arriver à une séparation parfaite.

Pour accélérer le procédé, des décantations de 7 heures sur une hauteur de 10 cm. ont été réalisées, ce qui permet d'effectuer deux séparations par jour, l'une vers 8 heures du matin (14h 48min sur 21.5 cm) et l'autre vers 16 heures (6h 53min sur 10 cm.)

Après la dernière décantation, la fraction demeurant au fond du cylindre et ne contenant que les particules entre 2 et 38 microns est reprise avec de l'eau déionisée pour en retirer, par décantation, la fraction comprise entre 2 et 10 microns. Les durées de sédimentation pour séparer les différentes fractions

sont les suivantes:

<u>Diamètre des particules</u>	<u>Temps de séd</u>	imentation
(en microns)	<u>à 10 cm</u>	<u>à 21.5 cm</u>
< 2	6h 53min	14h 48min
2 - 10	16min 30sec	35min 30sec
10 - 20	4min 8sec	8min 52sec
20 - 38	c'est ce qui	reste au fond
	du cylindre.	

Le processus de séparation granulométrique par sédimentométrie crée une grande quantité d'eau accompagnant les fractions séparées. S'il suffit de moins de quelques heures pour faire caler les particules des fractions supérieures à 2 microns, la sédimentation des particules plus fines peut prendre des semaines. Pour réduire le volume de suspension, l'argile doit être floculée de façon à accélérer la vitesse de chute des particules. Autrement, les colloides restent pratiquement en suspension.

A cet effet, l'agent utilisé est le CaCl<sub>2</sub> dans une concentration de 0.2 g/l de suspension, tel que déterminé expérimentalement. La précipitation est très rapide et laisse une eau claire extraite par la suite par siphonnage. Cependant, il faut

débarasser le matériel de ce produit, qui gène la diffraction, par rinçage à l'aide d'une centrifugeuse. Le premier rinçage prend un maximum de 30 minutes. Tout le sédiment se précipite au fond de l'éprouvette. Le deuxième rinçage peut prendre deux heures, alors que le dernier rinçage peut demander de 4 à 5 heures de centrifugation à 2 000 tours/min avant l'obtention d'un surnageant plus ou moins clair.

Tous les rinçages se font d'abord en triturant le sédiment dans le fond de l'éprouvette, à l'aide d'une tige de verre munie d'un policeman, et en le diluant dans environ 75 ml d'eau déionisée. L' homogénéisation s'effectue d'abord manuellement pour se terminer au mélangeur Vortex.

Toutes les fractions obtenues par sédimentométrie sont conservées à l'état humide et séchées par la suite à 60 °C pour leur analyse semi-quantitative à la diffraction des rayons-X.

Le lecteur désireux d'en apprendre d'avantage sur la méthode de séparation des particules par sédimentation peut se référer à Krumbein et Pettijohn (1938).

COURBES GRANULO-MINERALOGIQUES DES ECHANTILLONS












.































ANNEXE 4

,

~

.

#### MODE OPERATOIRE DE L'ESSAI AU BLEU DE METHYLENE

.

#### <u>ANNEXE 4</u> <u>MODE OPERATOIRE DE L'ES-</u> SAI AU BLEU DE METHYLENE

L'essai au bleu de méthylène consiste à déterminer la quantité de bleu nécessaire pour recouvrir d'une couche monomoléculaire les surfaces internes et externes des particules fines en suspension dans l'eau. La surface spécifique des minéraux d'argile étant nettement supérieure à celle des autres minéraux, c'est donc sur ces premiers que se fera l'adsorption de bleu, dont le dosage constitue un indicateur de leur contenu dans un sol.

Le mode opératoire de l'essai au bleu comprend les étapes suivantes:

- 1- Peser 30 q de la fraction du sol passant le tamis de 30M;
- 2- Placer dans un bécher de 400 ml avec 150 ml d'eau déionisée;
- 3- Agiter au moyen d'un agitateur magnétique de façon à ce que toutes les particules de sol soient entraînées;

4- A l'aide d'une burette à dosage, ajouter la solution de

bleu de méthylène préparée à 10 g/l à raison de 5 ml à la fois;

- 5- Immédiatement après chaque addition, prélever une goutte de mélange, à l'aide d'une tige de verre, et la faire tomber sur un papier filtre Whatman de qualité no. l. La tache obtenue est bleu foncé avec une auréole humide;
- 5- Continuer les doses de 5 ml (étapes 4 et 5) jusqu'à ce que l'auréole humide se colore en bleu pâle. Se servir d'une loupe 10X pour en évaluer la présence;
- 7- Faire alors un essai de tache toutes les minutes, sans ajouter d'autre bleu, pour voir si cette auréole bleutée persiste. Si elle persiste au bout de cinq essais (5 minutes), le test est terminé. Sinon, continuer avec des doses successives de 2 ml en répétant chaque fois le test de la tache immédiatement après chaque ajout et à toutes les minutes jusqu'à ce que l'auréole bleutée disparaisse ou persiste pendant 5 minutes.

La quantité de bleu de méthylène adsorbée par le sol (en gramme de bleu par 100 grammes de sol) est obtenue en multipliant la quantité de solution de bleu dosée lors de l'essai de la tache par le facteur 0.033 g/ml/100 g.