

## COMPORTEMENT THERMIQUE DES MELANGES KAOLIN-DOLOMIE

M. R. Boudchicha<sup>1,2</sup>, S. Achour<sup>1</sup>, J. P. Bonnet<sup>3</sup>

(1) *Laboratoire de céramique de Constantine, Université de Mentouri, 25000 Constantine, Algérie*

(2) *Département de physique, Université El-Hadj Lakhder, 05000 Batna, Algérie*

(3) *Ecole Nationale Supérieure de céramique Industrielle (ENSCI), Groupe d'étude des matériaux hétérogènes (GEMH), Limoges, France*

E-mail: boudred72@gmail.com

### Résumé

L'Algérie est un pays qui regorge de minéraux naturels à bon marché et qui ne sont pas utilisés jusqu'à maintenant à leur juste valeur, surtout dans le domaine de la céramique. Notre travail a pour objectif la préparation de céramiques à partir de mixtures de kaolin et de dolomie, deux matières premières d'origine locales très abondantes. La première se trouve à Guelma dans les montagnes de Djbel Dbagh et la deuxième dans la région de Batna. Cette étude s'intéresse aux comportements thermiques des mixtures kaolin-dolomie. L'analyse quantitative du processus de recristallisation du mélange kaolin-dolomie a été abordée et les énergies d'activations de la recristallisation des mixtures K10D, K14D et K18D ont été mesurées par analyse thermique différentielle et correspondent respectivement aux valeurs : 440, 503 et 521 KJ.mol<sup>-1</sup>. Pour les trois compositions choisies (10, 14 et 18% en masse de dolomie calcinée), on obtient après traitement thermique des céramiques denses à base essentiellement de cordiérite et d'anorthite.

**Mots clés:** kaolin, dolomite, cinétique de transformation, énergie d'activation, Kissinger.

### 1- INTRODUCTION

Les céramiques de grande diffusion ainsi que de nombreux réfractaires sont élaborés à partir du kaolin. Le kaolin a pour minéral principal la kaolinite qui subit des transformations structurales et microstructurales irréversibles lors de la cuisson.

Les transformations que subit la kaolinite sont à peu près du même ordre que celles subies par ses différents polymorphes (l'halloysite, dickite, nacrite) du fait qu'à températures modérées ces derniers présentent la même composition chimique et la même structure que la kaolinite. Lors d'un traitement thermique, ils présentent tous un phénomène de déshydroxylation puis de recristallisation.

De nombreuses études ont porté sur la déshydroxylation de la kaolinite [1-5]. Pour la recristallisation ou réorganisation structurale de la métakaolinite, certains auteurs proposent la formation de mullite à partir de zones localement riches en alumine, tandis que d'autres proposent l'apparition d'une phase spinelle avant la mullite [6-7]. Le processus suivi dépend surtout de la cristallinité du minéral de départ.

Qu'en est-il donc lorsque le kaolin est la dolomie sont associés ? C'est pour répondre à cette question que cette partie de nos travaux a été consacrée à l'étude du comportement thermique des mélanges kaolin et dolomie à rapports appropriés, pour obtenir les deux phases cordiérite et anorthite.

### 2- MATÉRIAUX ET PROCEDURE EXPÉRIIMENTALE

Deux matières premières ont été utilisées comme source de kaolinite et de dolomie : le kaolin qu'on dénotera DD3 qui provient de Guelma et la dolomie de Batna (région de Batna) indexée D2. Leurs compositions chimiques et minéralogiques sont données dans le *Tableau 1*.

D'après des études antérieures [8-11] entreprises sur les céramiques à base de kaolin - dolomie, nous avons pu déterminer de façon précise les rapports de masses et les températures adéquates et nécessaires pour la formation de céramiques à base de cordiérite et d'anorthite.

Tableau 1 : Composition chimique du kaolin DD3 et de la dolomie D2 exprimée en pourcentage massique [8-9].

Kaolin DD3						
Oxydes	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O
% mass	53.05	44.41	01.54	00.03	00.02	00.02
Oxydes	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	NiO	ZnO	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
% mass	00.13	00.09	00.08	00.37	00.17	00.06
Dolomie D2						
Oxydes	CaO	MgO	SiO <sub>2</sub>	F <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O
% mass	58.08	41.74	0.00	0.05	0.02	0.02

Ainsi, les rapports de masses entre kaolin/dolomie calcinée sont: 90/10, 86/14, 82/18. La méthode d'élaboration est une méthode classique, le schéma des différentes étapes suivi est représenté sur la figure 1. Elle consiste à:

1- Activation de la dolomie: La dolomie (CaMg(CO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>) est calcinée pour une décarboxylation à une température de 900°C pendant 3h. Cette température et ce temps sont nécessaires pour s'assurer de la décomposition totale de la dolomie en oxydes (CaO MgO) dite dolomie calcinée. Après concassage, on obtient une poudre fine est hautement réactive avec l'eau. L'activation ou l'hydratation totale des oxydes est obtenue en les mélangeant (le plus longtemps possible) avec de l'eau bouillante. Enfin la poudre blanche obtenue est dite dolomie éteinte, elle est broyée après refroidissement puis stockée.

2- Mélange des mixtures kaolin-dolomie éteinte: Les mélanges entre le kaolin et la dolomie suivant les rapports appropriés ont été étudiés auparavant [9]. Les pourcentages massiques ajoutés sont 10% - 14% et 18% de CaO MgO, on les notera respectivement K10D, K14D et K18D. Le malaxage est effectué dans un milieu humide (avec de l'eau) pour une bonne homogénéisation avec un broyeur à billes d'alumines pendant 8h. Les poudres ont été séchées.

3- La mise en forme: La poudre est uniaxialement pressée dans un moule cylindrique en acier dure de diamètre  $\Phi=25$  mm. Les pastilles obtenues ont des hauteurs ne dépassant pas 10mm.

4-Traitement thermique : Les pastilles crues sont frittées à différentes températures [800°C-1300°C] avec une vitesse de chauffe de 10°C/min et un temps de maintien d'une

heure. Le refroidissement s'est fait à four éteint.

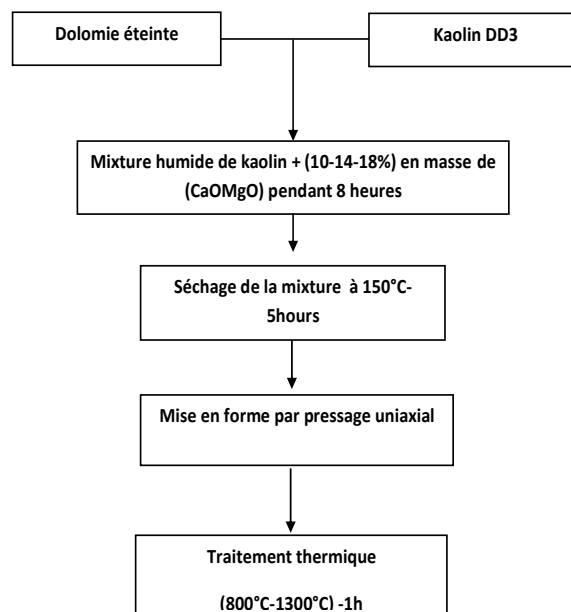


Fig. 1 : Schéma général des différentes étapes suivies pour la préparation des échantillons.

Sur la base de la composition chimique de l'argile DD3, illustrée dans le tableau 1 et des pourcentages d'ajouts de la dolomie éteinte correspondant à K10D, K14D et K18D, nous présentons dans le tableau 2 les pourcentages massiques correspondant aux oxydes élémentaires du système CaO-MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>. La silice et l'alumine sont considérées les constituant uniques du kaolin.

Tableau 2 Concentrations des oxydes élémentaires dans le système CaO-MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>

Echantillons	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO
K10D	48.47	41.35	05.91	04.26
K14D	46.30	39.49	08.29	05.92
K18D	43.84	37.4	11.15	07.61

Les mesures d'analyses thermiques différentielles et gravimétriques ont été faites à l'aide d'un dispositif ATD-ATG couplé Setsys 2400 qui peut atteindre 1500°C. Dans le cadre de cette étude, des creusets en platine ont été utilisés pour les différentes expérimentations. Compte tenu de la capacité des creusets, les mesures ont été réalisées avec des masses d'échantillons de 100 mg. Afin de limiter la dérive de la ligne de base et le différentiel des propriétés thermiques, l'alumine pré-calcinée à

1500°C a été utilisée comme matériau de référence pour l'ensemble des essais.

Les analyses minéralogiques par diffraction des rayons X ont été effectuées sur un diffractomètre destiné à la caractérisation d'échantillons plans polycristallins. Sa configuration est dérivée de celle de Debye-Scherrer. Il est équipé d'un détecteur courbe à localisation (INEL CPS 120-Curved Position Sensitive Detector) au centre duquel est placé l'échantillon. Cette géométrie permet la réalisation de spectres sous incidence fixe.

Le diffractomètre est constitué d'une source de rayons X opérant sous 40kV et 30mA, d'un monochromateur dissymétrique à lame de quartz pré-taillée courbée et d'un détecteur courbe à localisation. Le rayonnement monochromatique convergent utilisé a pour longueur d'onde  $\lambda=0.1540598$  nm ( $K_{\alpha 1}$  (Cu)).

### 3- RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

#### 3.1- Analyses Thermiques Différentielles

##### 3-1-1 Aspect qualitatif

L'analyse thermique différentielle a été effectuée sur les trois compositions. A partir des des courbes représentées sur la *figure 2*, on note quatre pics endothermiques et deux pics exothermiques. Aussi, un changement de pente de la ligne de base à partir de 860°C est observé pour les trois compositions. Ce ci est dû au fort retrait de la poudre à cette température lors de la densification qui crée un vide entre l'échantillon et la nacelle modifiant ainsi les caractéristiques thermique du système [12-13].

Le premier pic endothermique est situé entre 40 et 300°C, il est constitué de trois petites déviations correspondant aux processus de déshydratations de la poudre. L'énergie de liaison de l'eau adsorbée par la surface des particules diffère en valeur d'une composition à une autre car la mixture est constituée de trois matériaux différents à savoir: la kaolinite, l'hydroxyde de calcium et l'hydroxyde de magnésium. Il est évident qu'on enregistre trois variations à différentes températures pour chacun d'eux. Le deuxième pic endothermique commence à 360°C et se termine à 440°C pour les trois compositions. Ce pic endothermique est dû à la déshydroxylation de  $Mg(OH)_2$ . On remarque bien, que son intensité augmente avec le pourcentage de la dolomie dans le mélange.

Le troisième pic se situe entre 440°C et 600°C pour les trois compositions de dolomie. Celui-ci est plus grand pour la composition

K10D et diminue au fur est à mesure que la quantité de kaolin diminue. Ce pic est dû à la déshydroxylation simultanée de la kaolinite et de l'hydroxyde de calcium  $Ca(OH)_2$ . Le début et la fin du pic de déshydroxylation sont peu influencés par le pourcentage de dolomie ajoutée, la prédominance quantitative de la déshydroxylation de la kaolinite l'emporte sur celle de l'hydroxyde de calcium. Cependant on enregistre un net décalage des maximums vers les basses températures lorsque la concentration en dolomie augmente.

A partir de 720°C, un léger pic endothermique est observé sur les courbes d'ATD des trois compositions. Il correspond à la décomposition de la calcite résiduelle. Un autre pic exothermique bien prononcé, se situant entre 930°C et 1020°C, est aussi révélé pour les trois pourcentages de dolomie ajoutée. Ce pic correspond à la réorganisation structurale du mélange métakaolin-dolomie et de la recristallisation de nouvelles phases [14-17]. La cristallisation de la composition K18D se produit à des températures précoces par rapport aux autres compositions. A haute température d'autres pics endothermiques et exothermiques existent mais moins intenses et assez larges. Pour la composition K10D, il existe deux pics exothermiques principaux à 1057 et 1137-1155°C. Un brusque affaissement est enregistré à partir de 1160°C correspondant à l'apparition d'une phase liquide, le maximum de ce pic endothermique est atteint à 1194°C. A 1237°C, le début de l'apparition d'une deuxième phase liquide est enregistré.

La composition K14D présente deux pics exothermiques à peine décelables à 1082 et 1106°C. A 1204°C apparaît une phase liquide. Enfin la composition K18D, présente deux pics exothermiques à 1094, 1240°C et à partir de 1201°C on enregistre l'apparition d'une phase liquide.

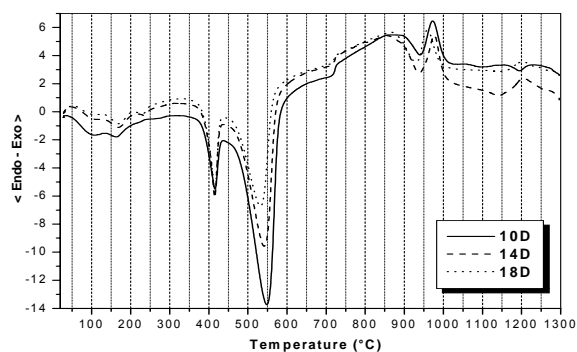


Fig. 2 : Courbe ATD des mélanges kaolin-dolomie hydraté pour les trois compositions massiques K10D, K14D et K18D. La vitesse de monter est 10°C/min

L'analyse thermique gravimétrique (ATG) permet de suivre les variations de masse d'un échantillon lors d'un traitement thermique. Le traitement thermique ATG des argiles entraîne l'élimination de matières organiques et la décomposition de certains minéraux souvent associés ainsi que le départ d'eau physiquement liée (déshydratation) et chimiquement liée (déshydroxylation). L'ATG peut donc être utilisée dans ce cas pour suivre l'influence du cycle thermique, de l'atmosphère et d'additifs sur la perte de masse d'un composé.

La variation de masse des trois compositions a été suivie par analyse thermogravimétrique (ATG). Les mesures ont été réalisées jusqu'à 1300°C en chauffant 70 mg à 10°C/min, sous un balayage d'air (figure 3). On remarque que les courbes de pertes massiques évoluent de la même manière pour les trois compositions. Cependant, à partir de 200°C la vitesse de perte de masse devient de plus en plus rapide que la concentration de dolomite est plus forte. Cela confirme les résultats de l'ATD ou la transformation de déshydroxylation dépend intimement de la nature et de la quantité de dolomite dans la mixture.

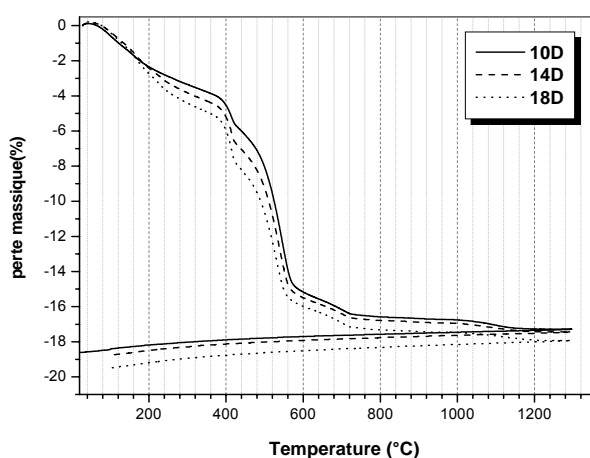


Fig.3 : Courbe ATG des mélanges kaolin-dolomie pour les trois compositions massiques 10D, 14D et 18D. (Vitesse de chauffe : 10°C/min)

### 3-1-2 Analyse quantitative des courbes ATD

Plusieurs théories ont été développées en termes de transfert de chaleur à l'échantillon [18,19]. On utilise pour l'analyse quantitative la théorie de Kissinger.

L'exploitation des résultats obtenus pour les mélanges kaolinite-dolomie sera présentée

suivant le domaine de températures correspondant à la principale transformation exothermique observée : la réorganisation structurale du mélange kaolin-dolomie. En ce qui concerne le processus de déshydroxylation l'étude quantitative ne peut se faire, car plusieurs transformations s'effectuent dans la même zone de température.

Les courbes de la figure 4 indiquent les positions du pic exothermique correspondant au processus de réorganisation structurale ou recristallisation, à des vitesses de chauffages  $\beta$  variables pour les trois compositions (K10D, K14D, K18D). Une augmentation de la surface des pics est observée avec la vitesse de chauffe. De même, la température maximale de chaque pic croît lorsque la vitesse de chauffe augmente.

D'après les observations réalisées sur les courbes expérimentales et les valeurs d'enthalpies de transformations évaluées par la méthode de Kissinger (tableau 3), il apparaît clairement que l'énergie d'activation du processus de recristallisation est influencée par la quantité de dolomite présente.

La phase métakaolinite étant majoritaire dans les mélanges étudiés, la dolomite peut être considérée comme minéral susceptible d'influencer les évolutions structurales du kaolin de départ. On note, que jusqu'à 900°C, les deux types de minéraux n'interagissent pas (en accord avec la figure 2).

Le phénomène de réorganisation structurale ou de recristallisation dans les mixtures kaolin-dolomie est caractérisé par un pic exothermique situé entre 930 et 1020°C suivant les vitesses de montées en température utilisées. L'amplitude de ce pic dépend de l'organisation structurale du mélange [20-21].

Dans le cas de l'hallowysite (kaolinite fortement désordonnée et de morphologie tubulaire) la valeur du maximum du pic exothermique est inférieure à 980°C et la valeur de l'énergie d'activation calculé est de 840 kJ.mol<sup>-1</sup>. En présence de la dolomie, ce pic se situe dans l'intervalle 950- 970°C pour un cycle thermique à 10°C/mn; il est moins étroit et présente une intensité assez élevée, quand a l'énergie d'activation elle diminue considérablement.

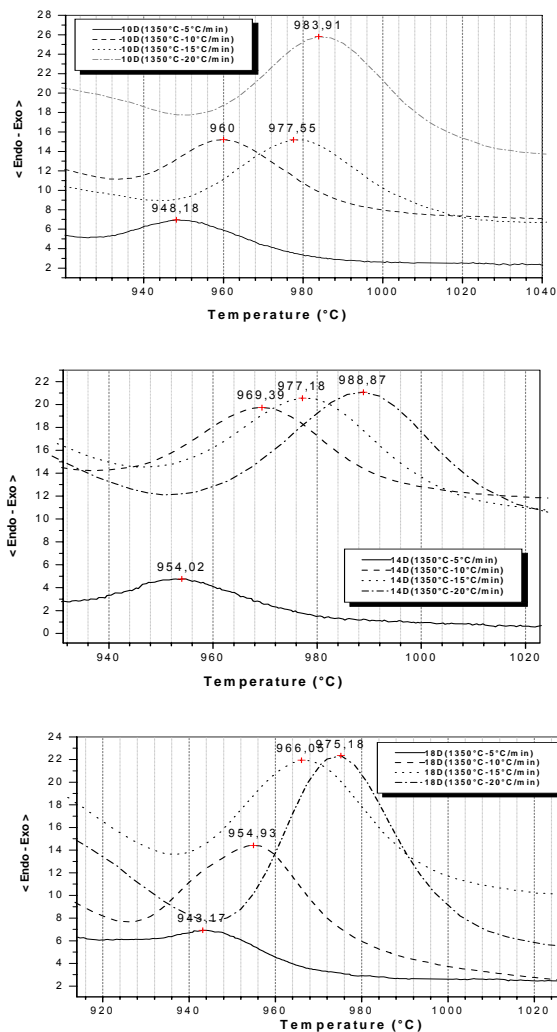


Fig.4 : Courbe ATD des pics de recristallisation à différentes vitesses de chauffe pour les trois compositions K10D, K14D et K18D

L'ajout de dolomie influence considérablement la position et la forme du pic exothermique. Les maximums des températures du phénomène de réorganisation structurale obtenus pour les différentes compositions sont donnés dans le tableau 3, extraits de la figure 4. Pour un traitement à 10°C/mn, il apparaît que le domaine de température de ce pic est légèrement décalé vers les hautes températures lorsque le taux de dolomie augmente à 14% puis diminue de façon considérable à 18% en masse de dolomie. Il n'apparaît aucun dédoublement de pic, ce fait est dû à la cristallisation de l'anorthite comme on le verra ultérieurement (figure 6). Ces changements sont attribués à une interaction entre les feuillets de méta kaolinite et les ions de dolomie. Nous

pensons qu'il s'agit d'un processus de diffusion des ions calcium et de magnésium issus de la dolomie vers la métakaolinite qui influence fortement le phénomène de réorganisation structurale. Les ions de calcium sont plus réactifs et interagissent avec le métakaolin en donnant l'anorthite [17] quand au magnésium, il se diffuse dans la phase amorphe.

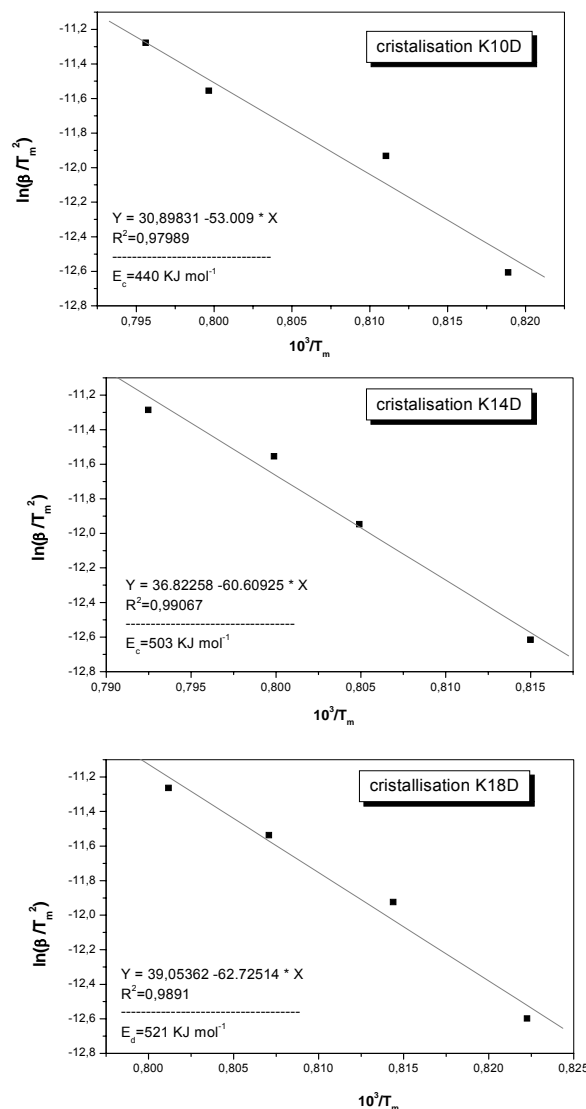


Fig.5 : Courbe de la fonction  $\ln(\beta/T_m^2)=f(1/T_m)$  du processus de cristallisation

Les valeurs de variations d'enthalpies obtenues par la méthode de Kissinger [ $\ln(\beta/T_p^2)=f(1/T_p)$ ] (figure 5 et tableau 3) montrent que l'ajout de dolomie entraîne une augmentation de l'énergie libérée lors de la réorganisation structurale. Elle passe de 440 kJ/mol pour le composé K10D à 521 kJ/mol du composé K18D. Ces valeurs concordent très bien avec les énergies d'activation des silicates de calcium préparés

suivant différents procédés [22-24] : sol-gel, vitrocéramique ou à partir de mixture de kaolin et de composés de calcium. L'énergie d'activation de l'anorthite dépend de la composition du matériau de base et du procédé d'élaboration. Traoré et al [17], ont trouvé que l'énergie de cristallisation de l'anorthite est  $E_a=743 \text{ KJ.mol}^{-1}$ , correspondant à une mixture de kaolin et de calcite. Wu et al. [25] montrèrent que l'énergie d'activation de la cristallisation de l'anorthite élaboré à partir d'une composition vitreuse à 3% en masse de MgO est dans l'intervalle  $385-658 \text{ KJ.mol}^{-1}$ . Enfin, Loiseau et al [26] ont trouvé que l'énergie d'activation de l'anorthite cristallisée à partir d'une composition vitreuse est  $E_a= 405 \text{ KJ.mol}^{-1}$

Composition	vitesse de chauffe $\beta(^{\circ}\text{C}/\text{min})$	Température $T_m(^{\circ}\text{C})$	$E_{\text{réorganisation}}$ ( $\text{KJ.mol}^{-1}$ )
K10D	5	948.18	440
	10	960	
	15	977.55	
	20	983.91	
K 14D	5	954.02	503
	10	969.39	
	15	977.18	
	20	988.87	
K 18D	5	943.17	521
	10	954.93	
	15	966.05	
	20	975.18	

Tableau 3: Variation du maximum de la température et variations d'enthalpie liées à la réorganisation structurale dans les mélanges étudiés (méthode de Kissinger).

L'augmentation de l'énergie d'activation avec la concentration en CaOMgO peut être expliquée par le fait que l'ajout de la dolomie contribue à la formation d'un état structural très désordonné par rapport à la métakaolinite seule, ce qui permet la cristallisation de la phase anorthite à faible énergie d'activation. En augmentant la quantité de dolomie ajoutée, on change l'environnement chimique et structural de la composition de tel sort que le milieu devient moins visqueux [22,27], ainsi l'énergie d'activation nécessaire à la formation de l'anorthite augmente.

### 3-2 Analyse par diffraction X

Des analyses par diffraction de rayons X ont été effectuées afin d'identifier les phases cristallines à l'aide d'un diffractomètre équipé d'un détecteur courbe à localisation (INEL CPS 120-Curved Position Sensitive Detector).

L'analyse des spectres de diffraction des échantillons K10D- K 14D et K 18D frittés à

différentes températures pour un temps de maintien d'une heure montre ce qui suit figure 6 et 7:

- A  $850^{\circ}\text{C}$ , aucun pic de diffraction n'apparaît, la kaolinite est en phase de réorganisation constituant la métakaolinite [12-13] avec diffusion des ions de calcium et de magnésium dans celle-ci [17]. Le matériau est à l'état amorphe décrivant un halo sur le spectre de diffraction centré autour de  $2\theta=25^{\circ}$ . Plus la concentration de dolomie augmente plus le centre du halo se décale vers les grandes angles de diffractions.

- Dès  $900^{\circ}\text{C}$ , le pic caractéristique de l'anorthite apparaît dans les trois compositions. On remarque entre les angles  $2\theta = 14^{\circ}$  et  $25^{\circ}$  l'existence d'une bosse caractérisant la structure amorphe. Celle-ci est beaucoup plus prononcée que la précédente et est décalée vers les petits angles autour de  $2\theta=18^{\circ}$ .

Cela peut être du au fait qu'une certaine quantité de calcium a participé à la cristallisation de l'anorthite et que le reste s'est combiné avec les autres oxydes  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{MgO}$  pour former une nouvelle phase à structure amorphe [23-25].

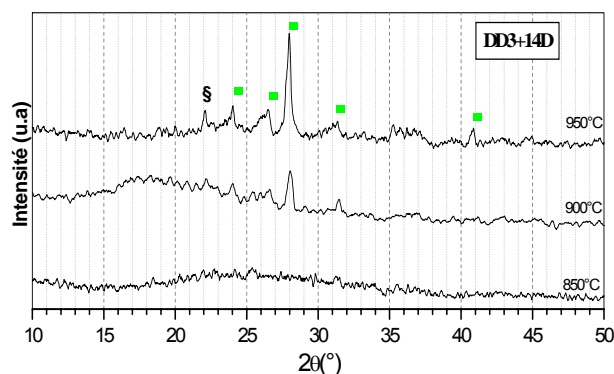


Fig.6 : Spectre de diffraction de l'échantillon 14D traité à différentes températures. §:  $\mu$ -cordiérite, ■: anorthite.

- Dans toutes les plages de température étudiées la phase anorthite existe en forte concentration bien que mal cristallisée. Après son apparition à  $900^{\circ}\text{C}$ , elle augmente en intensité avec la température et dès  $1150^{\circ}\text{C}$  elle commence à mieux se cristalliser pour la composition K18D.

- On remarque aussi l'apparition du pic caractéristique de la phase instable  $\mu$ -cordiérite à partir de  $900^{\circ}\text{C}$ . L'intensité de cette phase évolue avec la température jusqu'à l'apparition de la phase plus stable  $\alpha$ -cordiérite. Plus la concentration de la dolomie augmente plus la température de disparition de

$\mu$ -cordiérite (apparition de  $\alpha$ -cordiérite) diminue. K10D:1250°C, K14D:1200°C et K18D:1250°C

- Les intensités des pics de la  $\alpha$ -cordiérite augmentent avec la température et atteignent leur optimum à 1300°C, sauf cas de la composition K18D ou à cette température la  $\alpha$ -cordiérite diminue en favorisant l'augmentation de l'anorthite et l'apparition du spinelle.

- A 1350°C, il y a disparition complète de la cordiérite due à une fusion incongruente de celle-ci en mullite et liquide. On remarque aussi de façon plus nette les pics de la phase spinelle.

dépend intimement du taux de dolomie ajoutée.

- L'apparition du spinelle est difficilement détectable est son évolution en fonction de la température ne peut être suivi. Cependant on a remarqué que : plus la concentration de la dolomie augmente plus la phase spinelle est présente. De manière inverse, la mullite se forme faiblement pour les hautes concentrations de dolomie et n'est presque plus détectable par DRX à haute température.

#### 4- CONCLUSION

Des matériaux céramiques à base de cordiérite et d'anorthite comme phase majoritaire ont été élaborés à partir d'un traitement thermique de mélanges de matières premières locales et abondantes, le kaolin DD3 de Djebel Debagh de Guelma et la dolomie de Batna.

Les pourcentages adéquats pour l'obtention de ces phases sont : Kaolin+10% en masse dolomie calcinée, Kaolin+14% en masse dolomie calcinée et Kaolin+18% en masse dolomie calcinée. D'après les spectrogrammes des rayons X, il a été montré qu'à partir de 850°C le matériau est à l'état amorphe, la kaolinite est en phase de réorganisation constituant la métakaolinite avec diffusion des ions de calcium et de magnésium dans celle-ci. L'étude du comportement thermique de ces mixtures par ATD/ATG montre que les énergies d'activations de la recristallisation des mixtures K10D, K14D et K18D sont respectivement aux valeurs: 440, 503 et 521 KJ.mol<sup>-1</sup>.

#### REFERENCES

[1] G. Brindley, J. Sharp, J. Patterson et B.N.N. Achar, "Kinetics and mechanism of dehydroxylation processes: I. Temperature and vapor pressure dependence of dehydroxylation of kaolinite", Am. Miner. 52, 201-211, 1967.  
 [2] G.W. Brindley, M. Nakahira, "The kaolinite-mullite reaction series: I Survey of outstanding problems. II Metakolin. III The high temperature phase". J. Am. Ceram. Soc. 42, 311-324, 1959  
 [3] I. Horvath et G. Kranz, "A thermoanalytical study of high temperature dehydration of kaolinites with various structural arrangements", Silikaty. 24, 194-156, 1980.  
 [4] R.H. Meinhold, H. Atakul, T.W. Davies et R.T.C. Slade, "Flash calcinations of kaolinite : kinetics of isothermal dehydroxylation of partially dehydroxylated : flash calcines and

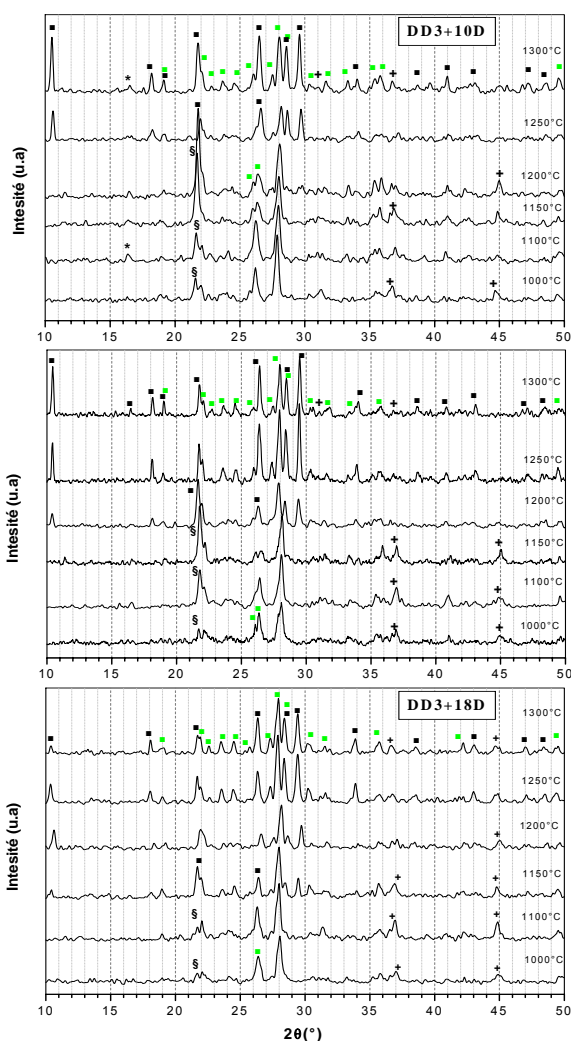


Fig.7 : Spectre de diffraction des échantillons 10D- 14D et 18D traités à différentes températures. ■ :  $\alpha$ -cordiérite, §:  $\mu$ -cordiérite, ▣: anorthite, \* : mullite, + : spinelle.

- A haute température la  $\alpha$ -cordiérite est une phase majoritaire constituant les échantillons frittés. La température d'apparition

- flash calcinations itself ", J. Materials Chemistry. 2, 913-921, 1992
- [5] R.H. Meinhold, S. Salvador, T.W. Davies et R.T.C. Slade, "A comparaison of the kinetics of flash calcinations of kaolinite in different calciners", Chemical engineering research and design. 72, 105-113, 1994
- [6] A. Gualtieri, M. Bellotto, G. Artioli et S.M. Dark, "Kinetic study of the kaolinite-mullite reaction sequence. Part II: mullite formation", Physics and Chemistry of Minerals. 22, 215-222, 1995
- [7] Yung-Feng Chen, Moo-Chin Wang et Min-Hsiung Hon, "Phase transformation and growth of mullite in kaolin ceramics", J. Eur. Ceram. Soc. 24, 2389-2397, 2004
- [8] F. Bouzrara, thèse de magistère, université de Constantine, 1998.
- [9] M. R. Boudchicha, thèse de magistère, université de Batna, 1999
- [10] A. Kater, thèse de magistère, université de Constantine, 2002
- [11] A. E. Cheridi, thèse de magistère, université de Constantine, 2002
- [12] K. Sumi, Y. Kobayachi, & E. Kato, "Synthesis and sintering of cordierite from kaolinite and basic magnesium carbonate". J. Ceram. Soc. Jp, Jpn, 1998, 106, 89-93.
- [13] Y. Kobayachi, K. Sumi, & E. Kato, "Preparation of dense cordierite ceramics from magnesium compounds and kaolinite without additives". Ceram. Inter, 26, 739-743, 2000
- [14] M. Romero, J. Martin-Marquez et J. Ma. Rincon, "Kinetic of mullite formation from a porcelain stoneware body for tiles production", J. Eur. Ceram. 26, 1647-1652, 2006.
- [15] O. Castelein, B. Soulestin, J.P. Bonnet et P. Blanchart, "The influence of heating rate on the thermal behaviour and mullite formation from a kaolin raw material", Ceramics International 27, 517-522, 2001
- [16] Y. Chen, M. Wang, M. Hon, "Crystallization kinetics and growth mechanism of mullite formation in kaolin". J. Eur. Ceram. Soc, 24, 2389-2397, 2004
- [17] K. Traoré, T. S. Kabré, P. Blanchart, "Gehlenite and anorthite crystallisation from kaolinite and calcite mix".Cerm Int, 29, 377-383, 2003
- [18] H.J. Bocharadt and F. Daniels, "The application of differential thermal analysis to the study of reaction kinetics". Application of Differential Thermal Analysis, Vol 79, 41 – 46, 1957
- [19] A-P. Rollet and R. Bouaziz, L'analyse thermique, Monographie T.2,; Gauthier-Villars Paris, 454 – 457, 1972.
- [20] B. Baran, Y. sarikaya, T. Alemdaroglu, M. Onal., "The effect of boron containing frits on the anorthite formation temperature in kaolin-wollastonite mixtures", J. Eur. Ceram. Soc, 23, 2061-2066, 2003
- [21] Jean . J-H. & Shen. J-I., "Binary crystallizable glass composite for low-dielectric multilayer ceramic substrate", J. Appl. Phys, 35, 3942-3946, 1996
- [22] R. A. Gdula., "Anorthite ceramic dielectrics", Ceram. Bull, 50, 555-557, (1971)
- [23] P. Alizadeh, V.K. Marghussian., "The effect of compositional changes on the crystallization behaviour and mechanical properties of diopside-wollastonite glass-ceramics in the SiO<sub>2</sub>-CaO-MgO (Na<sub>2</sub>O) system", J. Europ. Ceram. Soc, 20, 765-773 (2000).
- [24] M. Rezvani, B. E. Yekta, V. K. Marghussian, "Utilization of DTA in determination of crystallization mechanism in SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO-MgO(R<sub>2</sub>O) glasses in presence of various nuclei", J. Europ. Ceram. Soc, 25, 1525-1530 (2005)
- [25] S. Wu , M. Hon , J. Ceram. Soc. Jap, 101, 611-614, (1993),
- [26] P. Loiseau, D. Caurant, O. Majerus, N. Baffier., "Crystallization study of (TiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>)-rich SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO glasses Part II *Surface and internal crystallization processes investigated by differential thermal analysis (DTA)*", J. Mat. Sci, 38, 853-864 (2003)
- [27] M.J Ribeiro, D.U Tulyaganov, J.M Ferreira, J.A Labrincha., "Recycling of Al-rich industrial sludge in refractory ceramic pressed bodies", J. A., Ceram. Inter, 28, 515-520, (2002)