



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 34790 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 33/40**
(43) Date de publication : **02.01.2014**

-
- (21) N° Dépôt : **35011**
(22) Date de Dépôt : **28.06.2012**
(71) Demandeur(s) : **MASCIR (MORROCAN FOUNDATION FOR ADVANCED SCIENCE INNOVATION & RESEARCH), RUE MOHAMED EL JAZOULI, MADINAT AL IRFANE RABAT 10100 (MA)**
(72) Inventeur(s) : **Abouelkacem QAISS ; El Mokhtar ESSASSI ; Rachid BOUHFIID ; Khalid BENMOUSSA ; Mounir EL ACHABI**
(74) Mandataire : **MOHAMED EL AMRANI**

-
- (54) Titre : **MASCIR PROCÉDÉ DE PURIFICATION DES ARGILES**
(57) Abrégé : CETTE INVENTION CONSTITUÉE D'UN PROCÉDÉ MODULAIRE DE PURIFICATION DES ARGILES, BASÉ SUR L'UTILISATION DE BROYEURS À ENGRENAGES ET À PALETTES; AINSI QUE D'HYDROCYCLONES ET DE CYCLONES PLACÉS EN SÉRIE POUR LE CONTRÔLE GRANULOMÉTRIQUE. LES ARGILES PURIFIÉES PAR CE PROCÉDÉ ONT ÉTÉ CARACTÉRISÉES PAR FLUORESCENCE-X POUR LA DÉTERMINATION DE LEUR COMPOSITION CHIMIQUE ET PAR LA DIFFRACTION DES RAYONS-X POUR LEURS CLASSIFICATIONS STRUCTURALES. DANS LE CAS DES SMECTITES, LES DÉTERMINATIONS DE LA DISTANCE INTERFOLAIRE ET DE LA DISTRIBUTION DE TAILLE, SONT FAITES PAR MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE. LES ARGILES, AINSI PURIFIÉES, PEUVENT ÊTRE UTILISÉES DANS LE DOMAINE COSMÉTIQUE ET PHARMACEUTIQUE, AINSI QUE DANS LE DOMAINE DE PLASTURGIE POUR L'OBTENTION DE COMPOSITES ET NANO-COMPOSITES À BASE D'ARGILE.

V. ABREGE

Cette invention est constituée d'un procédé modulaire de purification des argiles, basé sur l'utilisation de broyeurs à engrenages et à palettes ; ainsi que d'hydrocyclones et de cyclones placés en série pour le contrôle granulométrique. Les argiles purifiées par ce procédé ont été caractérisées par fluorescence-X pour la détermination de leur composition chimique et par la diffraction des rayons-X pour leurs classifications structurales. Dans le cas des smectites, les déterminations de la distance interfolaire et de la distribution de taille, sont faites par microscopie électronique à balayage. Les argiles, ainsi purifiées, peuvent être utilisées dans le domaine cosmétique et pharmaceutique, ainsi que dans le domaine de plasturgie pour l'obtention de composites et nano-composites à base d'argile.

02 JAN 2014

PROCEDE DE PURIFICATION DES ARGILES

I. L'idée inventive

L'originalité de cette invention consiste en la mise en place d'un procédé modulaire de purification des argiles permettant d'englober les différentes étapes de purification, ainsi que l'utilisation à différents niveaux de système de broyage et des hydrocyclones et des cyclones pour la séparation des différentes tailles.

II. Etat de l'art

Les argiles naturelles se trouvent souvent mélangées ou associées à d'autres minéraux ou des matériaux amorphes, tel que : le quartz, les carbonates, feldspaths et les oxydes de fer...

L'identification des minéraux argileux dans les argiles brutes ou dans le sol nécessitent une étape de purification préalable. Les carbonates, les oxydes de fer ou la matière organique peuvent interférer avec les minéraux argileux lors de l'identification.

L'étape de purification est également demandée pour évaluer les propriétés chimiques et physiques. Une méthode générale de purification des minéraux argileuse consiste en l'élimination des carbonates et les oxydes métalliques (notamment l'oxyde de fer) et de la matière organique, suivie par une ou plusieurs étapes de sédimentation.

Le fractionnement des argiles purifiées en fonction de leur taille et l'identification des minéraux argileux donne nombreuse information par rapport à ceux obtenus à partir des argiles purifiées non fractionnées.

Ainsi, l'invention WO 2007090355 concerne un procédé de purification et de séparation de montmorillonite à partir de bentonite naturelle. Ce procédé utilise une centrifugeuse à haute vitesse afin de séparer et éliminer le quartz et la cristoballite, et à concentrer et déshydrater la suspension aqueuse purifiée.. Une autre invention CN101049940 a été déposée récemment concerne un procédé de purification de la montmorillonite pour obtenir des particules ultrafine. Le procédé comprend: le minerai de bentonite et de mélange de l'eau à un rapport de 1:(2-9) pour obtenir une suspension homogène, le trempage sous agitation dans un agitateur, de tamisage avec un système de tamis pour enlever les grosses particules, la suspension est dispersé en ultrafines particules, après l'élimination des sables, le mélange est déshydraté, séché, et pulvérisé pour obtenir la montmorillonite ultra-pure et ultrafines.

Une argile de type smectite est fourni en une suspension aqueuse de solides élevée, par exemple jusqu'à 50% des solides, qui se compose de l'argile de type smectite mis en suspension ou dispersé dans l'eau contenant une concentration efficace d'un sel monovalent. Lorsque un tel sel est présent dans la suspension d'argile, l'argile ne gonfle pas sensiblement, est essentiellement inactif, et la suspension peut être transporté et stocké sans créer un problème de gélification. Lorsque cette suspension est diluée avec de l'eau douce au niveau du point d'application pour le faire de la teneur en extrait sec désiré pour l'utilisation, l'argile smectite est activée et présente les propriétés désirées, telles que la viscosité, la rétention, etc

III. Description de l'invention

Le procédé proposé permet à partir de l'argile brute, l'obtention d'une argile purifiée avec une granulométrie contrôlée pour des applications cosmétiques, pharmaceutiques et pour l'amélioration des propriétés thermiques,

mécaniques et barrière des matériaux composites et nanocomposites (à matrice thermoplastiques et thermodurcissables).

Les différentes étapes de ce procédé sont comme suit (voir figure 1) :

1. Concassage grossier pour réduire la taille des granules d'argile par utilisation d'un concasseur à engrenage.
2. Broyage pour affiner les particules par utilisation de broyeur à engrenages à module réduit.
3. Tamisage à l'état sec de ces particules pour le contrôle de la taille par utilisation de tamis vibreur.
4. La mise en solution et addition de réactifs chimiques pour se débarrasser des carbonates (CaCO_3 ; MgCO_3 , $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) et autres impuretés.
5. Echange cationique pour obtenir l'argile sodique.
6. Sédimentation des particules lourdes.
7. Alimentation par pompe centrifuge des hydrocyclones : les particules fines alimentent le système de séchage et les grosses particules suivent un recyclage.
8. Séchage dans un four cylindrique.
9. Les particules sèches sont broyées dans un broyeur à palettes jouant en même temps le rôle d'une pompe centrifuge.
10. Séparation des tailles des particules par l'utilisation d'une série de cyclones.

Les argiles purifiées par ce procédé ont été caractérisées par fluorescence-X, diffraction aux rayons-X et la microscopie électronique à balayage.

1. Diffraction aux rayons -X

(Voir figure 2)

2. Fluorescence X

Tableau 1. Composition chimique d'argile purifiée

Composé	%	Composé	%
CaO	27	SO ₃	0.151
SiO ₂	26.3	SrO	0.105
Al ₂ O ₃	7.52	Cl	0.0805
MgO	3.44	I	0.0284
Fe ₂ O ₃	1.76	MnO ₂	0.0212
K ₂ O	0.792	ZrO ₂	0.0207
Na ₂ O	0.569	Y ₂ O ₃	0.0121
TiO ₂	0.286	Rb	0.00271
P ₂ O ₅	0.258	PAF	31.6

La caractérisation de l'argile brute a montré la présence d'une phase argileuse à côté de la calcite et de la dolomite.

3. Microscopie électronique à balayage (MEB) / Distribution granulométrique

Après purification de l'argile, une caractérisation morphologique par MEB a été faite pour déterminer la taille ainsi que la distribution de taille (granulométrie) des particules d'argile (voir figure 3).

Tableau 2. Récapitulatif de la distribution de taille

Moins de 20 %	Moins de 70 %	Moins de 93 %
5 μ m	15 μ m	25 μ m

IV. Revendications

1. Le procédé permet la purification tous les types d'argiles (...)
2. Le procédé présente le caractère modulaire dont les différents modules peuvent être utilisés séparément ou dans une configuration différente ou par substitution d'une des modules.
3. Le procédé est fabriqué en acier inoxydable ou tous matériaux ayant subi un traitement de surface contre toute attaque chimique ou physique.
4. Les dimensions de différents constituants de procédé de purification dépendent des quantités d'argiles à purifier.
5. Le nombre de hydrocyclone dépend de la qualité voulue de la purification d'argile.
6. Le nombre de cyclone dépend de la distribution de taille voulue de l'argile purifiée.
7. Le type de broyeur dans chacune des étapes peut être changé.
8. Ce procédé permet des traitements supplémentaires des argiles.
9. Selon la revendication 8, les additifs pour des traitements supplémentaires peuvent être ajoutés au niveau de différentes parties du procédé de purification.

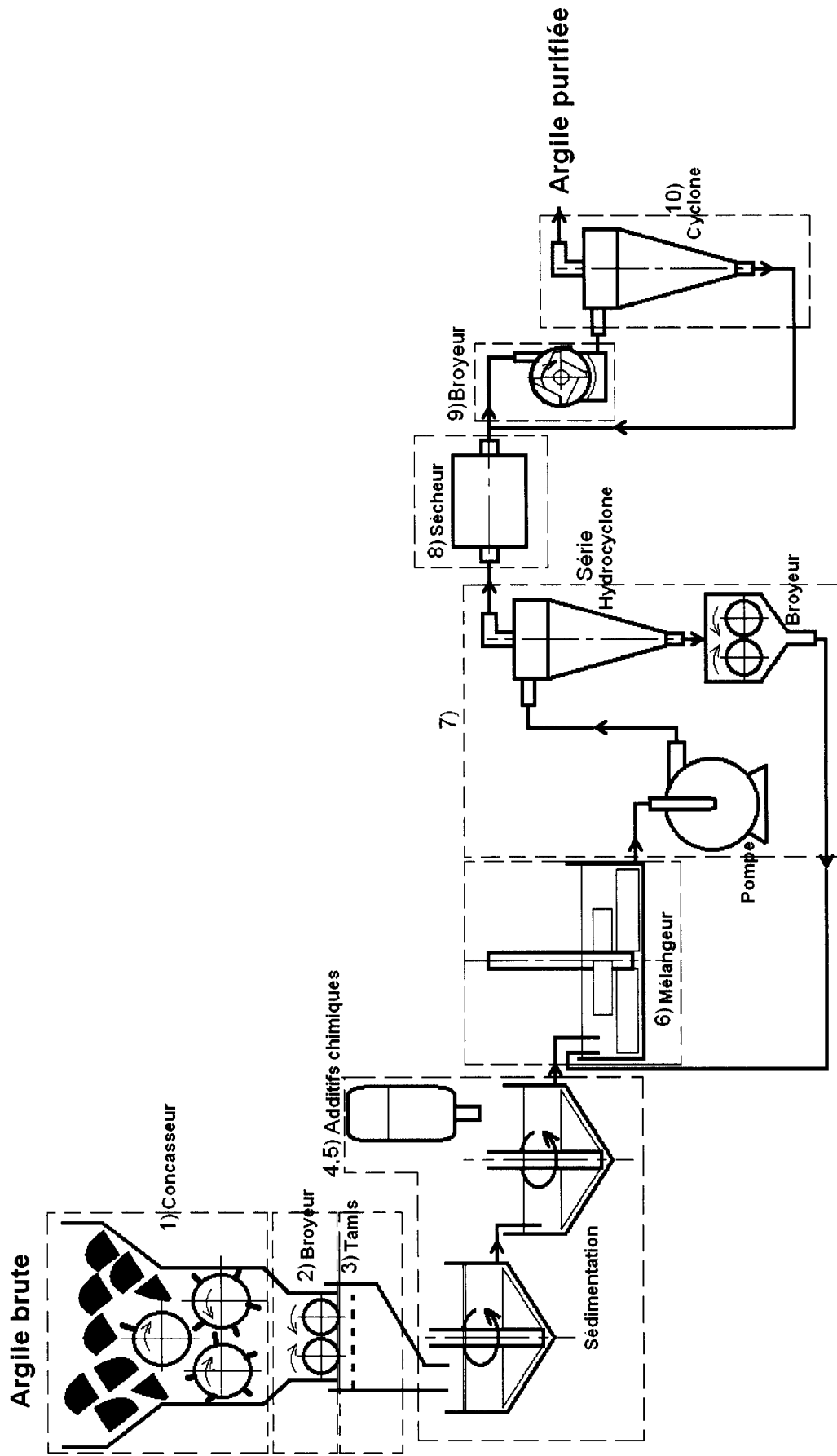


Figure 1

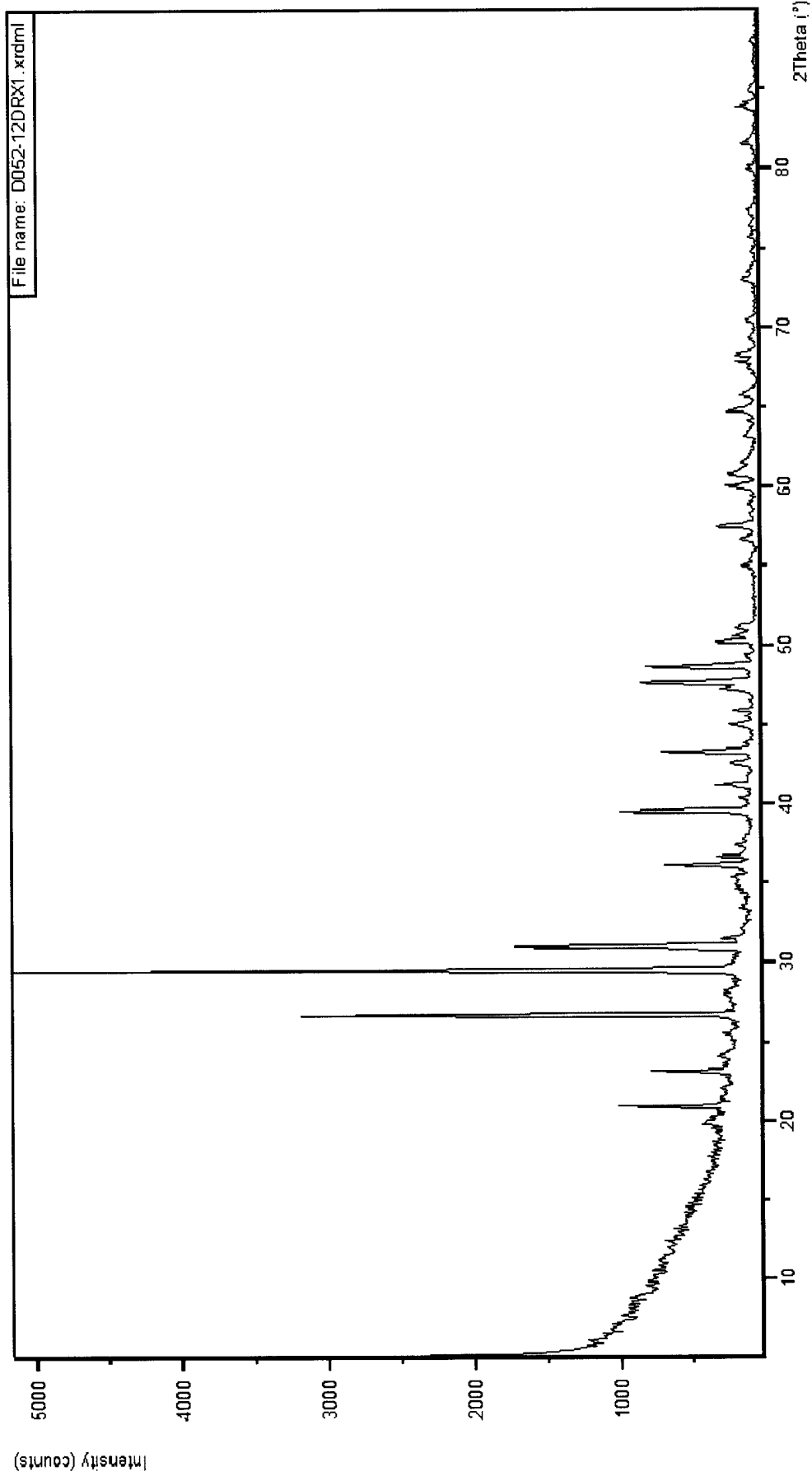


Figure 2

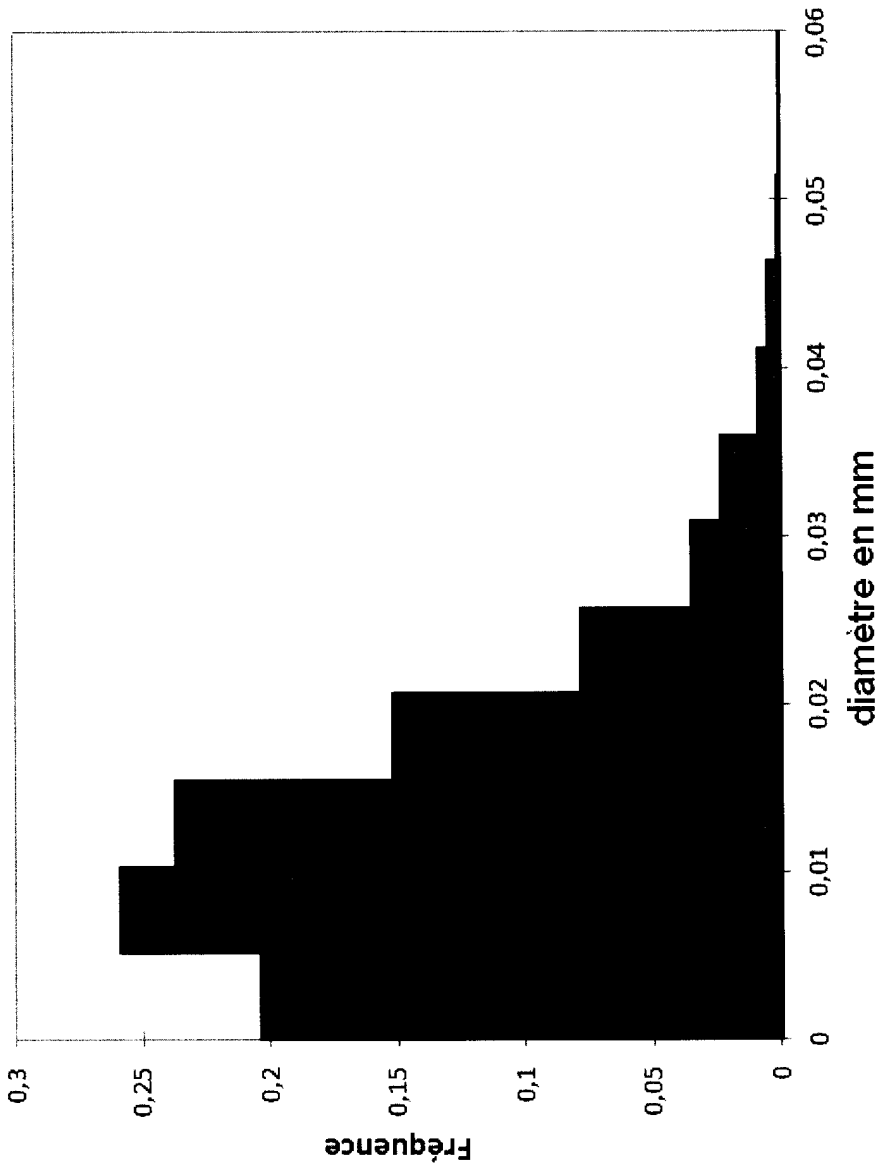


Figure 3

Brève description des dessins :

Figure 1. Schéma descriptif du procédé de purification

Figure 2. diffractogramme d'une argile purifiée

Figure 3 : Distribution de la taille des particules