



Licence Sciences et Techniques (LST)
GEOSCIENCES APPLIQUEES

G.A

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Valorisation Physico-chimique et Technologique des marnes
Miocènes de la région de Sidi Kassem et possibilités d'exploitation**

Présenté par :

◆ **Mariam AKDIM**

Encadré par :

◆ **Mr Raouf JABRANE**

◆ **Mme Laila MESRAR**

Soutenu Le 25 Juin 2011 devant le jury composé de:

- | | |
|---------------------------|---------------------------------------|
| - Mr. JABRANE Raouf | Prof. à FST. Fès |
| - Mr. EL QUANDIL Mustapha | Prof. à FSDM. Fès |
| - Mme. MESRAR Laila | Doct. à FST. Fès |
| - Mr .TABYAOUI Hassan | Prof. à la faculté des sciences .Taza |

Année Universitaire 2010 / 2011

DEDICACES

Je dédie mon travail a :

- Mes chers parents, qui par leur patience, leur compréhension et leur amour, consacrent leur vie pour me soutenir.
- Ma famille pour son soutien et encouragement
- Tous mes amis et a ceux qui me sont proches

Remerciements

Au terme de ce travail de fin d'études, c'est un devoir agréable d'exprimer en quelques lignes la reconnaissance que je dois a tous ceux dont j'ai sollicité l'aide et la collaboration.

Je remercie vivement Mr Raouf Jabrane .professeur a la faculté des sciences et techniques de Fès sais .pour pouvoir m'assumer le meilleur encadrement. Son savoir scientifique m'a été d'une grande utilité, je souhaite que cet ouvrage soit digne de la pleine confiance qu'il m'a toujours accordée.

J'adresse ma profonde gratitude à Mme Leila Mesrar pour ses conseils fructueux, ses orientations, ses remarques pertinentes et son soutien pendant toute ma période de stage je la remercie infiniment.

Je remercie les honorables membres de jury qui ont acceptée d'examiner ce travail, et donner leurs critiques et remarques pour compléter le travail présents.

Enfin je remercie toute personne ayant contribué à la réalisation de ce travail.

SOMMAIRE

Introduction	1
Chapitre I : Cadre géographique et géologique de la zone d'étude	
I. Cadre géographique	2
II. Cadre géologique	3
III. Description des échantillons	4

IV. Description litho stratigraphique (d'après le rapport SCPS de l'onarep)	4	
Chapitre II : méthodes et techniques d'analyses		
I. Préparation des échantillons	7	
II. analyses physico-chimiques	7	
II.1.dosage de l'humidité	7	
II.2..Mesure de pH		8
II.3.conductivité électrolytique		8
II..4..dosage de la matière organique		9
II.5.dosage de CaCO ₃		9
II.6. Analyses géochimiques		10
II.7.Analyse minéralogique		12
III. Essais technologiques	12	
III.1.Essai d'identification		12
III.2.Essai sur brique	15	
III.3.Essai rhéologique	16.	
Chapitre III : Interprétation des résultats	17	
Conclusions et perspectives	41	
Bibliographie		

INTRODUCTION

Le mélange intime de l'argile avec du carbonate de calcium donne naissance, dès que la proportion de ce dernier élément atteint 20%, aux marnes. Ce sont des roches qui, perdant la plasticité habituelle des dépôts franchement argileux, peuvent se présenter compactes avec un toucher gras onctueux, et sans trace de stratification apparente ou d'autres foies fissiles, débitées en minces plaquettes, voire même feuilletées quand leurs éléments s'alignent. Leur compacité est d'autant mieux accentuée qu'elles sont plus calcaires; inversement une proportion plus forte d'argile les rend grasses et propres à la fabrication des tuiles.

Il y en a des marnes qui peuvent atteindre avec l'aspect la blancheur de la craie. Par contre, les teintes brunes sont le signe caractéristique de la prédominance de l'élément argileux. La présence du fer, suivant son degré d'oxydation et d'hydratation, y engendre ensuite des colorations vives, jaunes, rouges ou bariolées de vert (marnes irisées du Triasique); en même temps essentiellement argileuses, ces marnes ferrugineuses fournissent partout des terres grasses, collantes, impropres à la culture. Par contre, leur mélange avec des particules quartzeuses extrêmement fines donne naissance à des marnes sableuses, sans consistance, capables de fournir dans leurs affleurements un sol plus profitable.

Le carbonate de magnésium, en s'associant au calcaire en proportion notable dans de pareils dépôts argileux, engendre à son tour des marnes magnésiennes, le plus souvent feuilletées, à texture fine, fragiles,

Vue l'importance de ces substances marneuses on a effectué différents essais :

Et analyses :

- Analyses physico-chimiques
- Analyses technologiques

Ces analyses ont pour but de valoriser les marnes de miocène de la région de Sidi Kacem, les identifier, extraire leur caractérisation et l'établissement de relations entre les différentes caractéristiques pour leur amélioration en vue de leur utilisation éventuelle dans le domaine industriel .

I. Cadre géographique

La zone d'étude est la région de Sidi Kassem dans les rides pré-rifaines. Les rides pré-rifaines sont des reliefs modelés dans les jurassiques et disposés en deux arcs plus ou moins concentriques et à concavités dirigées vers le nord-est, auxquels s'ajoutent des reliefs isolés et à l'est et au sud-ouest.

De point de vue géographique, les rides sont constituées par deux grands ensembles :

-Le premier ensemble, occidental, qui est situé entre les oueds R'dom et Beht est constitué par l'alignement des Ouflet et Ouflet

-Un deuxième ensemble oriental est formé par le massif de Moulay Yakoub et son prolongement vers le nord les rides de Boukanfoud et Tselfat.

Plus à l'est les deux ensembles principaux jbel Tghat et Zalagh

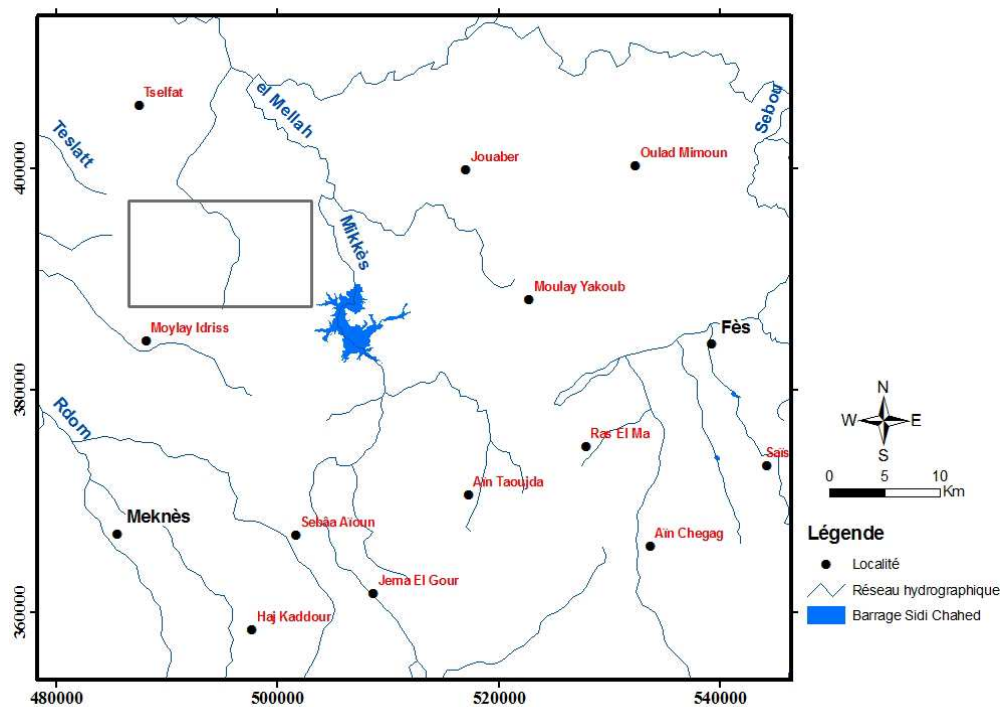


Figure 1 : Carte de localisation géographique de la zone d'étude

II. Cadre géologique

La zone étudiée est située dans la région des rides pré-rifaines qui font partie du couloir sud rifain,

- Elles sont limitées au sud par le bassin de Sais sur lequel sont bâties les villes de Fès et de Meknès, à l'ouest par la plaine du Rharb et le pays des Zemmour, la vallée de l'oued Beht constitue approximativement la frontière vers l'est
- Les rides sont situées à la limite de trois grands ensembles structuraux :
 - Au nord le rif : qui est une chaîne qui s'étend jusqu'à la Méditerranée, et dont les unités les plus méridionales viennent en contact avec les rides septentrionales elle constitue aussi la vestige d'un domaine pris entre la plaque africaine et la plaque européenne leur de déplacement alpins ;
 - Au sud-ouest la meseta marocaine sa partie septentrionale forme le plateau central ou hercynien
 - Au sud et sud-est le moyen atlas dont la partie occidentale est séparée des rides par la zone effondrée du Sais.

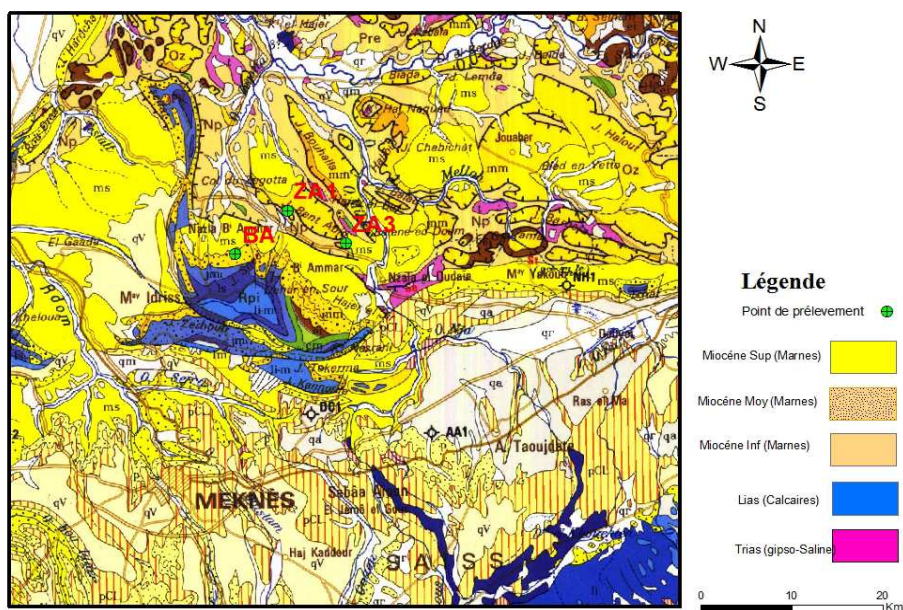


Figure 2 : Carte de localisation de la zone d'étude (extrait de la carte géologique du Rif)

III. Description des échantillons

On a prélevé 3 échantillons des marnes du miocène supérieur, moyen et inférieur. Le tableau suivant présente les données de localisation :

Secteur d'échantillonnage	Les coordonnées X, Y et Z en (m)	Echantillons	Niveau litho stratigraphique
Bniamar	X=500179,34 Y=390978,95 Z=435	B.A Jaune clair	Miocène inférieur
Zagouta	X=49457,65 Y=394767,67 Z=326	ZA1 Marron clair	Miocène moyen
Zagouta	X=488755,86 Y=393603,76 Z=301	ZA3 Vert foncée	Miocène supérieur

Tableau 1 : description des échantillons

IV. Description litho stratigraphique (d'après le rapport SCPS de L'ONAREP)

❖ **Le paléozoïque**

Dans le domaine des rides paléozoïques affleurent légèrement au sud et au sud ouest de la zone étudiée dans la meseta et se prolonge dans les formations meso-cénozoïques, il est représenté essentiellement par des roches métamorphiques essentiellement des schistes et des quartzites et on a aussi des granites hercyniens, sous forme de batholithes

Ce socle est affecté par des failles de direction NE-SW qui constituent le prolongement des accidents du massif central.

❖ **Le mésozoïque**

Le Trias – Lias inférieur

Du fait de son enfouissement important de la forte épaisseur des formations argilo-salifère et surtout de la tectonique alpine miocène supérieur, cette série difficilement observable, en effet le Trias-Lias inférieur a une extension très limitée dans la ride de Boudraa rencontrée par le sondage, il est représenté par une lentille métrique d'argile marneuse.

❖ **Le Jurassique**

❖ **Lias**

les dépôts du lias correspondent à une séquence de transition marquant de passage des dépôts continentaux lagunaires du lias inférieurs aux dépôts marins de plate forme carbonatée du Domérien .

Le Domérien

Les dépôts Domériens se caractérisent par une méga séquence transgressive correspond, dans la zone des Rides à l'installation d'une plate forme carbonatée peu profonde dont les formations de base sont essentiellement dolomitique, ensuite on a des formations de calcaires massifs correspondent au développement d'une plate forme carbonatée franche, cette plate forme continue son approfondissement progressif, jusqu'à passer à des dépôts argilo-marneux de bassin

Le Toarcien

Il est caractérisé par une sédimentation argilo-marneuse marine, bassinale qui correspond à l'extension maximum de cycle transgressif

Cette sédimentation est caractérisée par des dépôts d'argile, de marnes et de marno-calcaire à ammonites, localement silteux, de couleur grise, noire brune à verte.

❖ **Le cénozoïque**

Il est formé par une série transgressive et discordante sur les formations du secondaire ou du primaire.

Le crétacé

Le crétacé affleure au nord –ouest de la ride de Dhar –N'sour , il est constituée par une série monotone de marnes avec des intercalations de calcaires , il repose en discordance du la jurassique par l'intermédiaire d'un conglomérat a éléments de calcaire jurassique et quartzite paléozoïque

Le néogène

D'âge miocène moyen a plio-quaternaire, en dehors des zones d'affleurement mésozoïques la succession néogène est présente sur l'ensemble de la zone d'étude.

Cette succession est typiquement composé de la formation mollassiques de base surmonté des argiles – marnes infra –nappes , puis de complexe de nappes et enfin des argilo-marnes supra-nappes .Lorsque le complexe de nappe n'est pas présents la succession argilo- marneuse supra mollasses forme une seule entité . En 2001, Ben Makhloof a donné une description plus précise de la série Miocène des rides qui est constituée de bas vers le haut par les formations suivantes :

Les mollasses inférieures qui débutent par des calcaires gréseux, surmontée par des calcaires bioclastiques ;

Le miocène continental représenté par des marno-calcaire et par des grés fin et dolomies
Les mollasses supérieures qui sont formée de calcaire marneux légèrement sableux
Et enfin les marnes blanches très épaisses.

Le complexe de nappes

Il correspond à une entité tectonique composé d'une accumulation d'écailles tectoniques
La surface de la nappe se présente sous forme d'un mélange de blocs de dimensions et de lithologie variable, comme étant un empilement désorganisée des roches d'age différent surtout du crétacé, miocène et souvent du sel massif probablement d'agetrasique –liasique .l'épaisseur de la nappe varie de 0 au sud 30000m au nord

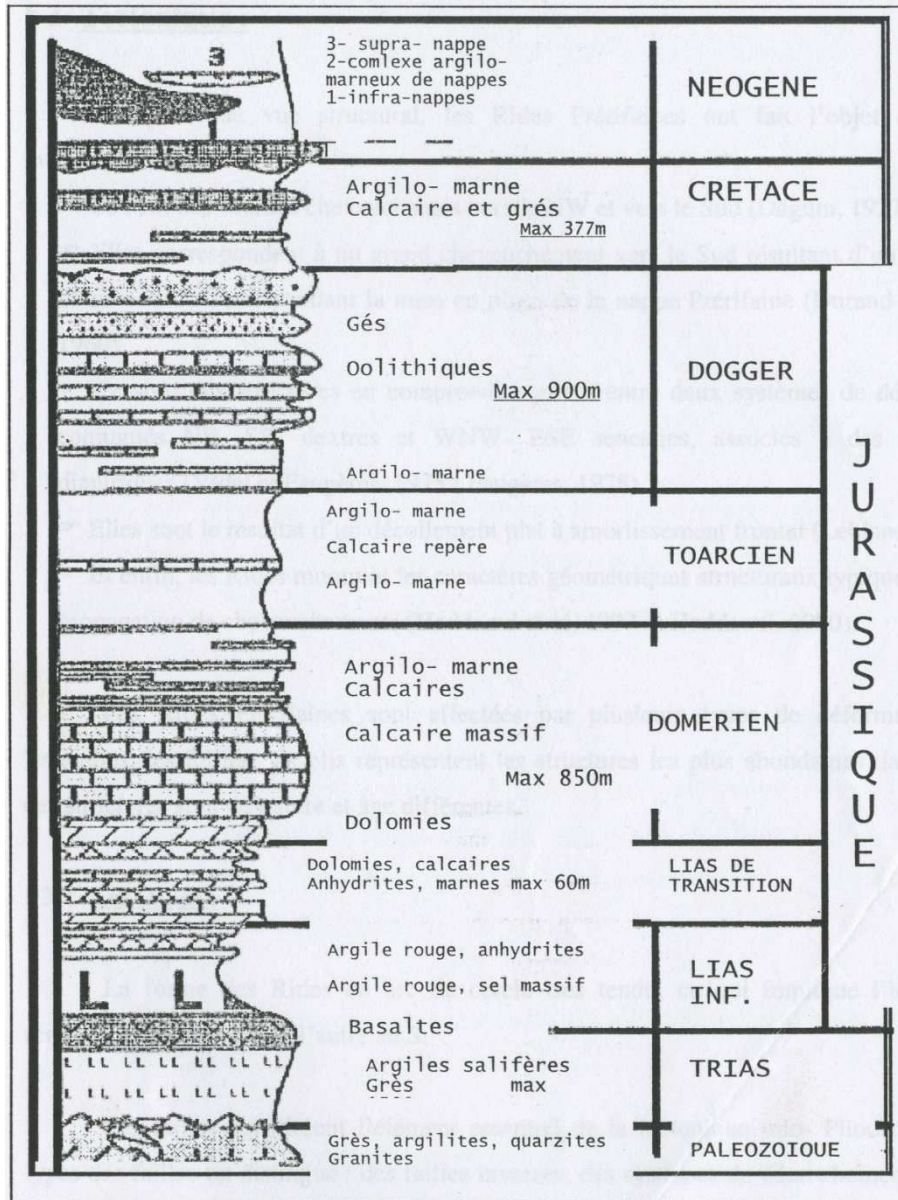


Figure 3 : Log synthétique de la succession lithologique de la zone des rides pré-riftaines (d'après le rapport SCP5 de L'ONAREP, 1996)

I-Préparation des échantillons

Les échantillons de sol ont été séchés à l'air ambiant et tamisés à 2mm ensuite, on a procédé à un quartage des échantillons, le quartage a comme but de deviser une certaine quantité de matière meuble en deux portions de poids égaux, l'une des portions peut à son tour, être devisée (et ainsi de suite).

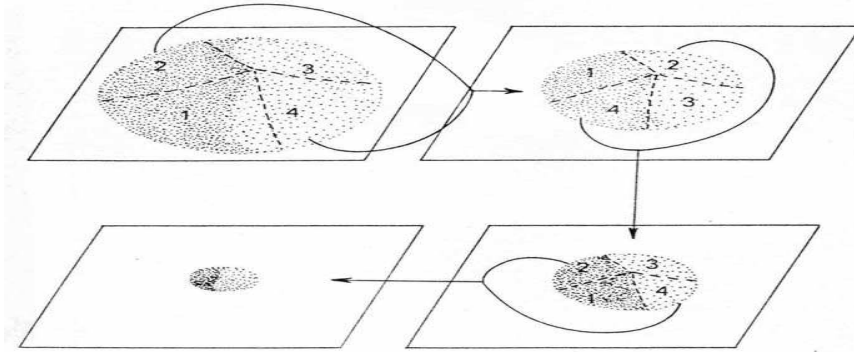


Figure 4: Méthode manuelle de quartage (méthode du cône) (CAUL 2009)

II. Analyses physico-chimique

II.1. Dosage de l'humidité

Principe :

N'importe quelle roche sédimentaire contient de l'eau, mais la proportion de cette eau varie en fonction de la nature de roche et de son environnement sédimentaire dans lequel elle avait pris naissance. Elle nécessite de chauffer la roche à une température de 105 °C à 110 °C. La différence de poids avant et après chauffage permet de calculer le pourcentage d'humidité de la roche.

Mode opératoire :

- Peser le bécher ou le creuset vide et noter son poids P
- Ajouter 2 à 10 g de terre fine. Noter le poids correspondant P1
- Introduire le bécher et le contenu dans l'étuve portée à la température de 105 à 110 °C et laisser pendant 12h
- Sortir le bécher de l'étuve à l'aide d'une pince. Laisser refroidir dans un dessiccateur 5 à 10 mn et peser à nouveau. Noter le poids correspondant P2

$$\% \text{ d'humidité} = (P1 - P2) \cdot 100 / P1$$

II.2. Mesure du pH

Principe :

Sous certaines conditions physico-chimique et biologique la matière organique associée aux sédiments, se dégrade en libérant des composés chimiques (molécules, ion ...). L'interaction intermoléculaire crée des réactions qui peuvent être à l'origine d'un changement de caractère chimique de l'environnement sédimentaire. La détermination du pH (Potentiel d'hydrogène) par mesure électromotrique permet alors de tester l'acidité, la basicité ou la neutralité d'un sédiment donné.

Mode opératoire :

- Tamiser 20g de sol sec tamisé à 2 mm
- Mettre dans un bécher avec 50 cm³ d'une solution de KCl et un barreau aimanté
- Placer sur un agitateur magnétique pendant 30 minutes

Mesurer avec les électrodes après étalonnage du pH-mètre

II.3.La conductivité électrique

Définition:

La conductivité électrique (CE) est une mesure de la matière dissoute dans une solution aqueuse, ce qui a trait à la capacité du matériau à conduire le courant électrique à travers celle-ci, L'unité de la conductivité est siemens /surface MS:/CM ou micro siemens par centimètre

Principe :

La détermination de la conductivité électrique (CE) est réalisée avec une cellule de conductimètre par mesure de la quantité des ions solubles dans le sol.

Mode opératoire :

- Peser 10g de sol sec tamisé à 2mm
- Mettre dans un bécher avec 50ml d'eau distillé et un barreau aimanté
- Placer sur un agitateur magnétique pendant 30 min
- Etalonner le conductimètre selon les instructions du fabricant en utilisant le kcl comme Solution tampon pour obtenir la constante de la cellule

- Mesurer avec l'électrode la conductivité de la suspension du sol.

II.4. Dosage de la matière organique par perte au feu - PAF

Principe :

C'est une détermination pondérale basée sur la calcination de la matière organique totale en condition sèche, les échantillons sont placés à 357°C pendant 16h. A cette température la matière organique est détruite et la perte en eau structurale des argiles et carbonates, même de fausser la mesure, est minimale (NF ISO 14235) (Ball, 1964)

Mode opératoire :

Peser environ 10g d'échantillon dans une coupelle en porcelaine, sur une balance de précision au 1/1000^{ème}.

Déposer les coupelles dans l'ordre, toujours de haut en bas, de gauche à droite dans le four à moufle.

Afficher la température : 375°C

Attendre 16h.

Ouvrir la porte du four et laisser refroidir

Mettre les échantillons dans un dessiccateur pour les laisser refroidir à l'abri de l'humidité ;

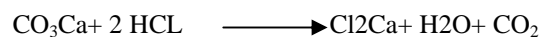
Peser chaque coupelle en le sortant du dessiccateur juste avant la pesée.

$$\%MO = \frac{(\text{pds coupelle} + \text{terre} - \text{pds coupelle} + \text{terre calciné}) * 100}{\text{pds terre utilisé}}$$

II.5. Dosage du CaCO₃

- **Principe :**

Le principe d'analyse repose sur la réaction à l'acide du carbonate de calcium. On mesure le volume de gaz carbonique dégagé lors de l'attaque chlorhydrique d'un poids connu de sédiment :



L'appareil utilisé est le calcimètre Bernard, qui permet d'effectuer rapidement une série d'analyses, avec une précision satisfaisante dans le cas général.

- **Mode opératoire :**

- Prendre quelques grammes d'échantillon, représentatifs de la moyenne du sédiment, et les broyer, de façon à obtenir une poudre assez fine. Dans le cas d'un échantillon très fin, trier au préalable soigneusement les tests visibles, susceptibles de fausser la mesure.

- Peser exactement 0,250g de poudre, au centigramme près, dans un récipient propre.
- Introduire avec précaution la pesée dans un erlenmeyer de 100ml, propre et sec.
- Remplir aux $\frac{3}{4}$, avec de l'acide chlorhydrique à 30% un petit tube en verre (5-7cm³) ; l'introduire avec précaution dans l'erlenmeyer, au moyen de la pince brucelle, de telle façon qu'il tienne debout et qu'aucune goutte d'acide ne déborde.
- Boucher soigneusement l'erlenmeyer avec le bouchon relié au tube gradué du calcimètre.
- Amener au même niveau le liquide du tube gradué et celui de l'ampoule, en déplaçant cette dernière. Noter la division d1.
- Incliner l'erlenmeyer de façon que l'acide du petit tube se répande sur l'échantillon. Agiter

$$\% \text{CaCO}_3 = (\text{Volume échantillon} / \text{Volume témoin}) * 100$$

II.6. Analyses géochimiques

A- Analyse d'ICP (spectromètre d'émission atomique a source plasma à couplage inductif)

La méthode utilisée est l'ICP (spectromètre d'émission atomique a source plasma à couplage inductif)
 La Spectrométrie d'Emission Atomique(ICP-AES atomicemissionspectrometry) est une technique analytique très sensible permettant de mesurer la teneur des éléments majeurs (Mg^{2+} , Al^{3+} ,...) et quelques éléments en traces présents dans des solutions aqueuses, minérales et organiques.

A.1.Préparation des échantillons :

Les échantillons sont préparés par la méthode suivante :

❖ **Attaque triacides des métaux lourds :**

- Principe :

Le dosage des métaux lourds a été effectué par spectroscopie d'absorption atomique, qui nécessite une solubilisation des éléments à analyser. . (**Norme AFNOR NFX31-147**)

- Mode opératoire :

Après le broyage du sédiment, une prise d'essai d'environ 0,5 g de sédiment est attaquée dans un bécher en téflon à froid par 10ml d'acide fluorhydrique, 5 ml d'acide nitrique et 5 ml d'acide perchlorhydrique pendant une nuit (sous la hotte).

Les béchers sont ensuite placés sur une plaque chauffante, (100°C sans atteindre l'ébullition), pour évaporer les acides.

La présence de grains non solubilisés au fond des béchers indique la présence de matières organiques. Après l'évaporation, on refroidit les échantillons et on ajoute 2ml de H₂O₂ 35% pour attaquer la matière organique persistante.

Cinq minutes après, on reprend l'évaporation jusqu'à l'obtention d'un mélange visqueux.

On laisse refroidir, puis on ajoute 2,5ml d'acide nitrique et on reprend l'évaporation totale.

On laisse refroidir, puis on ajoute 5 ml de HNO₃ à 50% et 10ml d'eau distillée et on reprend l'évaporation 5 min.

Et finalement, on met le culot en solution avec du HNO₃ à 2% en ajustant à 100 ml dans une fiole par de l'eau distillée.

Remarque : le matériel utilisé pour l'ajout de HF doit être en plastique afin d'éviter toute attaque du matériel en verre.

A.2. Principe :

la méthode consiste à ioniser l'échantillon en l'injectant dans un plasma d'argon, c'est-à-dire que les atomes de la matière à analyser sont transformés en ions par une sorte de flamme extrêmement chaude jusqu'à 8000 K, mais en général autour de 6000 K pour les applications géochimiques.

L'échantillon pénètre généralement dans le plasma sous une forme condensée (liquide ou solide, et doit donc subir les changements d'états suivants : fusion (pour les solides), vaporisation, ionisation, l'introduction a lieu au centre du plasma, parallèlement au flux de gaz plasmagène.

L'échantillon doit être introduit dans le plasma sous une forme finement divisé, car les puissances utilisées (généralement inférieures à 2000watts de puissance incidente) ne permettent pas de traiter des particules de taille supérieure au micromètre durant leur temps de résidence au sein de plasma, si l'on veut analyser un solide, il faut donc d'abord le transformer en une suspension de fines particules, portée par un courant de gaz plasmagène.

Les roches à plasma HF (haute fréquence) sont couplées à des générateurs pouvant fournir plus de 200KW.

II.7.Analyse thermogravimétrique (ATG)

A.1.Principe :

L'analyse thermogravimétrique (ATG) quant à elle consiste à enregistrer les variations de masse au cours d'un cycle thermique, liées à des réactions chimiques ou à des départs de constituants volatils adsorbés ou combinés dans un matériau.

A.2.Mode opératoire :

L'ATG a été effectuée entre 20 et 1250 °C sous balayage d'air à l'aide d'un dispositif de marque SetaramScientific&Industrial Equipment, série Setsys 24. Le matériau de référence était l'alumine préalablement calcinée à 1500 °C.

L'échantillon et la référence étaient placés dans deux creusets identiques en Pt. Pour chaque acquisition, les masses de poudre d'échantillon et de référence étaient chacune exactement de 80 mg. La chaleur spécifique est

une propriété thermique dépendante de la masse d'un matériau. Celle des 2 poudres utilisées pouvant fluctuer avec la température (des variations importantes pouvant être observées pour les températures les plus élevées), une masse identique a été choisie afin de limiter une dérive trop importante de la ligne de base. La vitesse de chauffe était de 10 °C/min.

II.8. Analyses minéralogiques

La diffraction aux rayons X

C'est une technique de base de la caractérisation des matériaux; il permet la détermination des phases minérales micro et poly-cristallines des matériaux. Cette méthode n'est applicable qu'à des matériaux composés d'un nombre relativement important de cristaux aux orientations non préférentielles (céramiques, roches et monocristaux) Les cristaux sont caractérisés par la répartition tri périodique dans l'espace d'un motif atomique. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants que l'on nomme plans réticulaires {h, k, l}. Les distances interréticulaires sont de l'ordre de **0.15 Å- 15 Å** et dépendent de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin.

III. Essais technologiques

III.1. Essai d'identification

A- Teneur en eau

La teneur en eau naturelle d'un échantillon de sol correspond au rapport du poids d'eau P_W

Contenu dans cet échantillon et de son poids sec P_s .

$$W (\%) = P_W / P_s$$

L'échantillon de sol est prélevé à sa teneur en eau naturelle puis pèse : (P_H), il est ensuite séché dans une étuve à 105 °C jusqu'à poids constant (P_s). Ainsi, le poids de l'eau naturelle P_W de ce sol est:

$$P_W = P_H - P_s$$

B-Analyse granulométrique

a) Texture

- Définition:

Caractérise la composition de la terre fine du sol (<2mm) les particules élémentaires du sol sont classées selon leur taille ;(argile (<2µm), limons fins (2-20µm) limons grossiers (20-50µm, sable fins (50-200µm), sable grossier (200- 2000µm)

Au delà de 2mm, on a les éléments grossiers qui constituent le refus. Les classes de texture sont déterminées par les pourcentages relatifs ou la dominance des constituants granulométriques (argileuse, limoneuse, sableuse, argilo – sableuse ...).

b)-Séparation granulométrique par tamisage humide

- Définition

L'analyse granulométrique consiste à déterminer la distribution dimensionnelle des grains constituant un granulat dont les dimensions sont comprises entre 0,050 et 2mm

On appelle :

Refus sur un tamis : quantité de matériau retenue sur le tamis.

Tamisat (ou passant) : quantité de matériau qui passe à travers le tamis

- Principe

L'essai consiste à fractionner au moyen d'un tamis un matériau en plusieurs classes granulaires de tailles décroissantes, les masses des différents refus et tamisats sont rapportées à la masse initiale du matériau. Les pourcentages ainsi obtenus sont exploités sous forme numériques et sous forme graphiques.

La granulométrie est une technique qui permet d'étudier la fréquence des grains de différentes dimensions, et faciliter ainsi les analyses du contenu pétrographique et minéralogique du sol (Rouiller et al., 1972).

- Mode opératoire

-Peser 100g d'échantillon

-Verser cette quantité dans le tamis 2 mm situé en haut de la colonne de tamis, après l'installation de fond de tamis, on ajoute de l'eau distillée en agitant à la main jusqu'à ce que l'eau devienne claire.

- Après on récupère le refus de chaque tamis et on l'évapore à l'étuve et on le pèse.

c)-Séparation granulométrique par sédimentation

Méthode de pipette de Robinson

La méthode ROBINSON est utilisée pour déterminer la fraction des particules plus petites que 38 micromètres. La méthode est basée sur la différence de vitesse de sédimentation entre les particules légères et les plus grosses. La sédimentation des particules résulte des deux forces opposées: gravité et friction entraînant un mouvement dans un milieu fluide. Dans la méthode « ROBINSON », un échantillon est pipeté à différentes périodes et à différentes profondeurs de la suspension du prélèvement dans une éprouvette. Durée et profondeur sont déterminées à l'aide de la loi de Stokes. La suspension pipetée est condensée et séchée et la pesée détermine le ratio de masse de la fraction pipetée. Des instituts de recherche, ont développé 2 modèles d'appareil à pipette conformément aux normes NEN5357 et ISO/DIS 111277.

Mode opératoire :

- peser 30g d'échantillon sec inférieur à 0.05mm
- verser l'échantillon dans l'éprouvette graduée, ajouter de l'eau distillée et agiter plusieurs fois à la main
- placer l'éprouvette sous la pipette, descendre cette dernière jusqu'à ce que la pointe touche le niveau supérieur de la suspension
- descendre la pipette de 10 cm et aspirer 10ml, verser dans une capsule tarée
- évaporer à l'étuve et peser le résidu
- opérer de la même manière 8h après, à une température de 20°C.

C-Essai de bleu de méthylène

- **Définition et but de l'essai**

Cet essai permet de mesurer la capacité d'adsorption ionique des sols à l'aide du bleu de méthylène.

Il a pour but de caractériser la fraction argileuse d'un sol 'c'est à dire que le résultat de l'essai dépend de la quantité et de la nature minéralogique de cette fraction.

- **Principe de l'essai**

Il consiste à introduire des quantités croissantes de solution de bleu de méthylène dans un bain aqueux contenant une prise d'essai (10 à 15g de matériau inférieur à 0,4 mm en suspension dans 100 cm³ d'eau) jusqu'à ce que les particules argileuses en soient saturées. Il apparaît alors un début d'excès qui marque la fin de l'essai et que l'on détecte par le test dit "à la tache" .

La "valeur de bleu" des fines est la quantité de bleu de méthylène adsorbée par 100g de sol.

$$\text{Valeur de bleu : } VB = \frac{V}{M}$$

V : volume total de solution de bleu de méthylène introduit (cm³).

M : masse sèche de la prise d'essai (g) avec:

$$M = \frac{\text{masse humide} \times 100}{100 + \text{teneur en eau}}$$

La valeur de bleu traduit la quantité de ce colorant suffisante pour recouvrir la surface totale de la fraction argileuse du sol.

Cette valeur représente, à un coefficient près, la quantité d'argile du sol par la surface spécifique ($S.0,4m^2/g$) qui caractérise la nature de l'argile. Cette surface spécifique se calcule comme suit:

$$S.0,4 = \frac{20,93}{PP} \times Nbcc$$

PP

20,93 : surface du bleu de méthylène.

Nbcc : volume en cm^3 du bleu de méthylène.

PP : poids du sol.

D-Les limites d'atterberg

Les limites d'Atterberg constituent des essais d'identification et de classification des sols. La méthode d'Atterberg repose sur l'observation des variations de consistance des sols fins en fonction de leur teneur en eau. Ainsi, les limites d'Atterberg sont des constantes physiques conventionnelles qui marquent les seuils entre différents états d'un sol:

a- Limite de liquidité WL : marque le passage d'un sol de l'état liquide à l'état plastique;

b- Limite de plasticité Wp : marque le passage d'un sol de l'état plastique à l'état solide.

L'essai est effectué sur la fraction inférieure à 0,4mm du matériau.

La détermination de la limite de liquidité se fait à l'aide de l'appareil de Casagrande. Cette limite est définie par la teneur en eau exprimée en % pour laquelle les deux moitiés d'un mortier préparé à partir de l'échantillon placé dans une coupelle et divisé en deux parties par une rainure, arrivent à se joindre sur une longueur de 1 cm après 25 chocs imprimés à la coupelle.

Comme il est difficile d'obtenir la fermeture des deux moitiés du mortier après 25 chocs, il existe une relation permettant de trouver WL à partir d'un seul essai pourvu que le nombre de coups de fermeture

Soit compris entre 15 et 35.

Cette relation s'écrit : $W_L = W \frac{NO, 121}{(25)}$

(25)

* WL : limite de liquidité ;

* W : teneur en eau du mortier au moment de l'essai;

* N : nombre de coups correspondant à la fermeture du mortier sur 1 cm de long dans la coupelle.

Cette relation a été traduite sous forme d'un monogramme.

La limite de plasticité Wp correspond à la teneur en eau exprimée en % à laquelle un fuseau du matériau de 10 cm de long et qu'on amincit progressivement se brise en petits tronçons au moment où son diamètre atteint 3 mm.

Nous avons effectués ces essais selon les normes fixées par Casagrande (1932-1948) et modifiées par le Laboratoire des Ponts et Chaussées.

Plusieurs indices ont été définis à partir des limites de liquidité et de plasticité permettant de mieux caractériser les sols. Parmi ces indices, il y a l'indice de plasticité Ip qui correspond à la différence entre la limite de liquidité et celle de plasticité :

$$I_p = W_L - W_p$$

I_p donne l'étendue du domaine plastique d'un sol et permet de classer les sols fins suivant leur degré de plasticité et, en fonction de leur position par rapport à une droite appelée "A-line" d'équation:

$$I_p = 0,73 (W_L - 20)$$

III-2- Essai sur briquette

Ces essais nous permettent d'une part de déterminer les caractéristiques technologiques de chaque échantillon citant, la porosité, ainsi que la perte de poids et le retrait et d'autre part de mettre en évidence la relation entre ces différentes caractéristiques et la nature géochimique de chaque échantillon. afin de pouvoir donner une base ou abaque pour son utilisation dans le domaine de la briqueterie, céramique etc.

a- Préparation des échantillons :

Pour obtenir une granulométrie fine, on a utilisée les échantillons brutes on les mettait à l'eau 24h après on les concassée à l'aide d'un mortier à agate.

b- Confection des briquettes :

Ajouter l'eau distillée sur les échantillons pour d'obtenir une pâte bien homogénéisée, mise au dessiccateur pour rester humide, qui servira à la confection de briquettes, à l'aide d'un moule de 8 cm de longueur, 4 cm de largeur et 1.5 cm d'épaisseur.

Les références de l'échantillon et de la briquette, ainsi que deux segments diagonaux (de 50 mm de longueur chacun qui permettront de mesurer le retrait) sont marquées sur les briquettes. Ces dernières sont pesées puis laissées sécher à l'air libre.

c- séchage à l'air libre:

On mesure le poids de ces briquettes à l'aide d'une balance sensible (1/400 g), et le retrait à l'aide d'un pied à coulisse (± 0.1 mm). Cette opération est faite chaque jour après le passage de 24 heures.

d- Séchage à l'étuve :

après la stabilisation de leur retrait et de leur poids, les briquettes sont placées à l'étuve à 105°C pendant 24 h, puis prendre les nouvelles valeurs de poids et de retrait et mesurer aussi la résistance à la flexion.

e- Cuissons des briquettes : pour chaque cuisson, deux briquettes sont placées dans un four programmable (une pour l'essai de porosité et l'autre pour la résistance à la flexion). Ces cuissons sont caractérisées, chacune, par la température maximale atteinte de 900 °C, 1000 °C à 1100 °C

Il s'agit d'un four programmable, avec un palier de 1h30mn à la température maximale.

f- mesures du poids et du retrait : la perte de poids et le retrait sont mesurés après chaque cuisson

g- mesure de la porosité ouverte marquer sur les briquettes la température dans laquelle elles sont cuites, et plonger ces briquettes dans un bêcher rempli d'eau distillée qui est chauffé jusqu'à l'ébullition pendant 2 h, ensuite retirer du feu ces briquettes en éliminant les excès d'eau à sa surface et mesurer leur poids et leur retrait.

La porosité est calculée par la relation suivante :

$$P = [(M_1 - M_0) / M_0] * 100 \%$$

Où : M_0 = masse initiale de la briquette cuite (g)

M_1 = masse finale de la briquette après l'essai de la porosité (g).

h) la couleur: c'est une caractéristique importante, dans les domaines de l'industrie céramique et de sanitaire, elle est évaluée visuellement.

III.3.Essai rhéologique

→Essai de coulabilité

Une prise d'échantillon de 250g est mise dans une bécher, à laquelle on rajoute une quantité d'eau distillée bien définie (généralement 200 ml) dont on a préalablement déduit l'humidité contenue dans l'échantillon.

A ce mélange, on ajoute 0,1% d'une solution de silicate de sodium Na_2SiO_3 . On laisse le mélange se reposer et à l'aide d'un mélangeur électrique, on agite énergiquement le mélange.

Après homogénéisation, on mesure la viscosité apparente. On rajoute 0,1% de silicate de sodium, on agite pendant 15 minutes et procède à la mesure de la viscosité. L'opération continue jusqu'à la défloculation et même parfois au-delà lorsque l'échantillon recommence à flocculer de nouveau.

I. Analyses physico-chimiques

I.1.L'humidité

%d'humidité	Poids après	Poids avant	Poids du bécher	Echantillon
1,5521	78,0776	79,3086	69,190g	BA
1,838	80,9428	82,412	71,5656	ZA1
9,5758	73,7289	81,5368	71,4865	ZA3

Tableau 2 : Résultats de l'humidité des échantillons

À partir du graphique on remarque que ZA3 représente une humidité élevée par rapport aux autres échantillons.

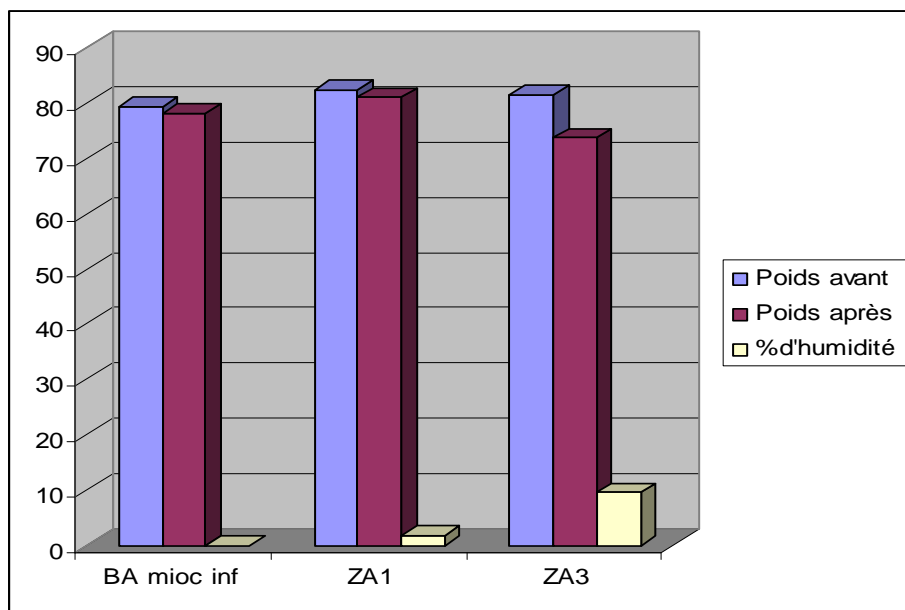


Figure 5 : Graphique montrant la variabilité de l'humidité des 3 échantillons

- L'humidité favorise le développement des bactéries et des acariens
- Le taux d'humidité joue un rôle important sur le processus de corrosion par son incidence sur l'aération d'un sol et sur la résistivité du sol. Par ailleurs, les terrains aquifères présentent une corrosivité importante naturellement. Mais celle-ci s'accroît,

s'ils drainent des terrains voisins présentant des substances minérales solubles (chlorure de sodium, sulfate de calcium, etc.).

- les points bas qui sont humides et désaérés, donc susceptible d'avoir une corrosion plus élevée. De plus, la présence de zones humides, cours d'eau, des mares, marécages, lacs, tourbières, estuaires, polders, marais et terrains salins, va aussi être identifiée et permettra d'évaluer la corrosivité naturelle du milieu.

I.2. Calcul du pH et de la conductivité électrique

Conductivité (mS/cm)	pH	Echantillon
0,97	9,23	BA
1,7	8,9	ZA1
1,084	8,99	ZA3

Tableau 3 : résultats du pH et de la conductivité des échantillons

Interprétations :

À partir des résultats on constate que pH est un pH basique d'environ 9% pour les trois échantillons et la conductivité électrique entre 0,9 ms/cm et 1,08

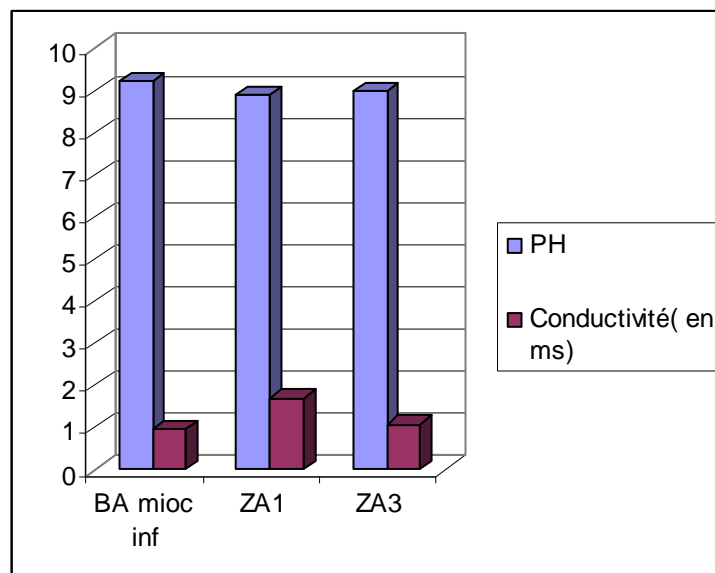


Figure 6 : Graphique montrant la variabilité du pH et de la conductivité électrique

I.3. Dosage de la matière organique (PF)

%MO	Echantillon
22,7	BA
28,6	ZA1
65,41	ZA3

Tableau 4 : résultats de la matière organique des échantillons

Les échantillons affichent des valeurs qui varient de 20% à 69% pour ZA3. Ce dernier renferme beaucoup de matière organique car il se trouve au niveau supérieur de la formation.

La matière organique joue un rôle majeur dans le sol. :

-Rôle dans l'absorption et la rétention de l'eau, les cations échangeables, le phosphore, l'azote et les éléments traces.

-Rôle positif sur la stabilité structurale des horizons de surface.

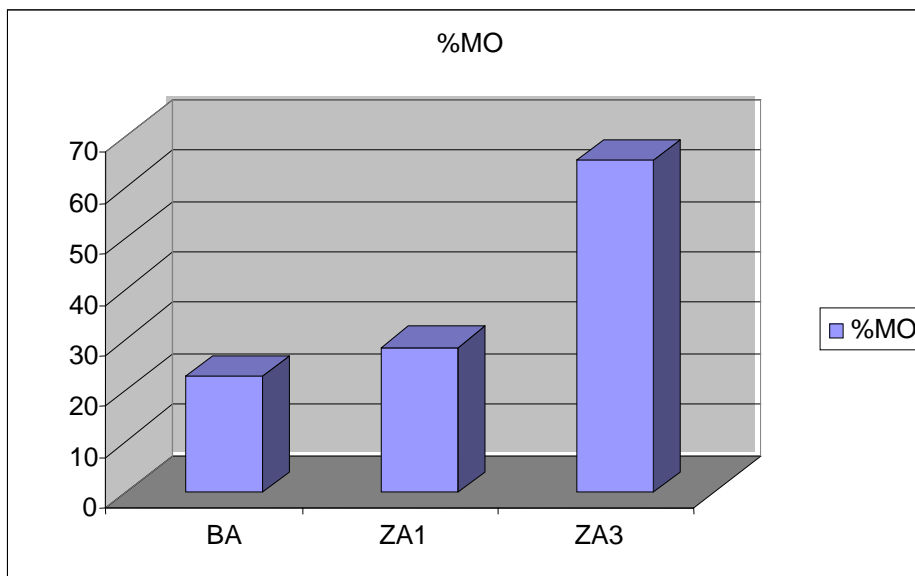


Figure 7: Graphique montrant la variabilité de la matière organique des échantillons.

I.4. Dosage de CaCO_3

% CaCO_3	V échantillon (ml)	V témoin (ml)	Echantillon
62,6	37,6	60	BA
53,5	32,6	61	ZA1

9,6	5,6	59	ZA3
-----	-----	----	-----

Tableau 5: Résultats du dosage du CaCO₃

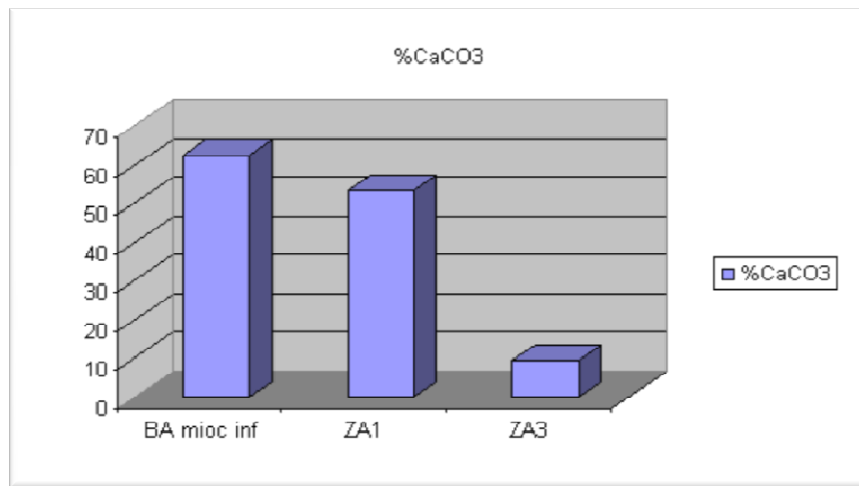


Figure 8: Graphique montrant la variabilité de la teneur en CaCO₃.

La teneur en calcium CaCO₃ est un bon indice de sa résistance mécanique et de sa sensibilité à l'eau suivant cette teneur, le comportement du sol évolue celui d'une argile jusqu'à celui d'une roche. A partir du diagramme on voit que BA et ZA1 sont riches en CaCO₃, et que ZA3 contient moins de carbonate (9,6%).

Nature	Teneur en CaCO ₃
Argile	0-10 %
Argile marneux	10- 30%
Marne	30- 70%
Calcaire marneux	70- 90%
Calcaire	90- 100%

Tableau 6 : la nature du sol selon la teneur en CaCO₃.

D'après le tableau de classification du sol selon la teneur en carbonate, les échantillons BA et ZA1 sont des marnes, en revanche, ZA3 est une argile.

I.5. Analyses géochimique

A. Analyse de l'ICP

Le pourcentage des éléments sous forme du tableau :

Na(%)	Mg(%)	Fe(%)	Al(%)	Echantillon
2,62	1,06	1,82	3,04	BA
1,46	1,02	1,68	2,58	ZA1
1,06	1,72	3,26	3,36	ZA3

Tableau 7: le pourcentage de quelques éléments dans les échantillons

Le pourcentage des oxydes sous forme du tableau ci-dessous :

Na ₂ O(%)	MgO(%)	FeO(%)	Fe ₂ O ₃ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Echantillon
2,53	1,75	2,34	2,6	5,74	BA
1,96	1,69	2,16	2,40	4,87	ZA1
1,42	2,85	4,19	4,66	6,34	ZA3

Tableau 8 : les pourcentages des oxydes des éléments

Nos échantillons ont un pourcentage d'Al₂O₃ qui ne dépasse 7%, et des quantités de Fe₂O₃ 3 moins de 5% ainsi que des teneurs faibles en MgO et Na₂O.

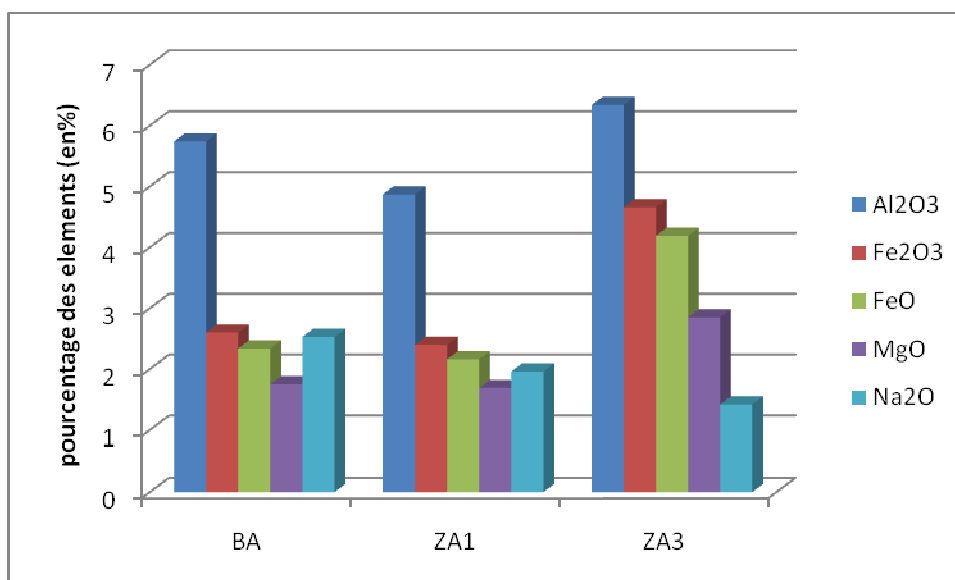


Figure 9 : graphique montrant les pourcentages des oxydes dans nos échantillons

I.6. Analyse thermogravimétrique (ATG)

1^{ère} échantillon : BA

On observe un 1^{er} segment entre 50 et 100°C qui correspond à un départ de l'eau hygroscopique et un autre très important entre 500 et 750 °C, qui reflète la déshydratation des minéraux et à la décarbonatation

La perte totale de masse est de 29,42% entre 50 et 900°C

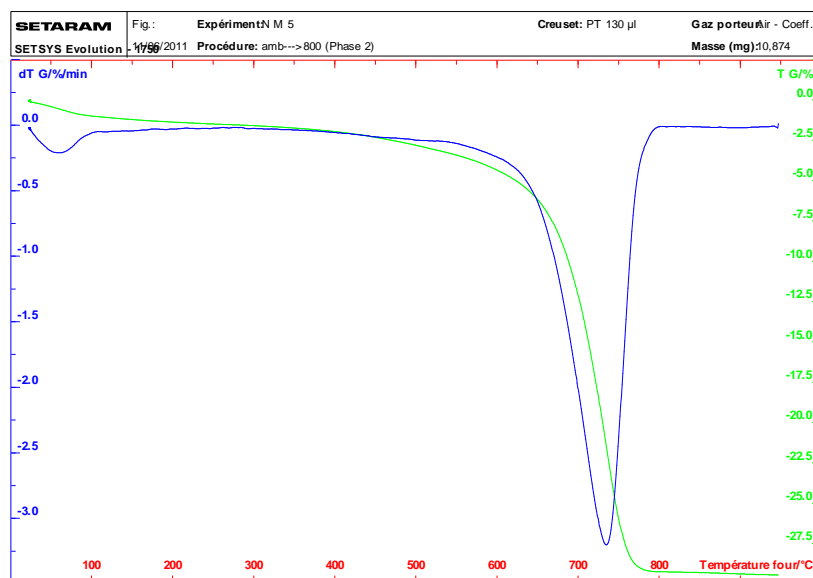


Figure 10 : résultats de l'analyse thermogravimétrique de l'échantillon BA

2^{ème} échantillon : ZA1

On a une première perte de poids a 50°C correspond au départ de l'eau hygroscopique et une 2eme perte a peut près a 700°C correspond à la deshydroxylation des minéraux argileux et la décarbonatation
Généralement la perte de poids il est de 27,3% durant un palier de température de 0 a 900°C



Figure 11 : résultats de l'analyse thermogravimétrique de l'échantillon ZA1

3^{ème} échantillon : ZA3

On observe une grande perte de poids entre 50 et 100°C qui correspondent au départ de l'eau hygroscopique
Une deuxième perte entre 200 et 300°C qui correspond a la destruction de la matière organique , une autre perte entre 400 et 500°C qui correspond a la déshydratation des feuillets d'argiles, et une dernière entre 600 et 700°C
Généralement la perte de masse est 11,02% entre 50 et 900°C

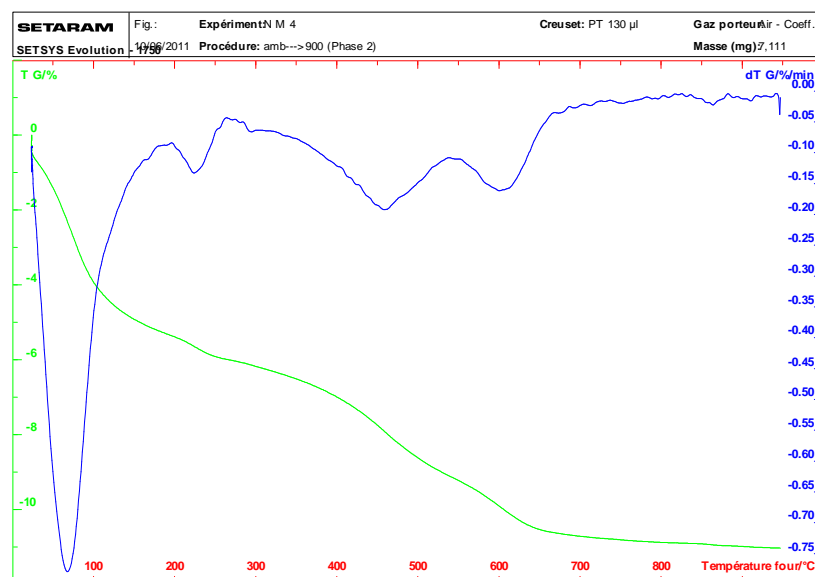


Figure 12: résultats de l'analyse thermogravimétrique de l'échantillon ZA3

II. Analyse minéralogique

L'échantillon BA et ZA1 ont la même allure et représentent les mêmes pics (Fig13.). L'analyse par la diffraction des rayons X a révélé la présence de plusieurs minéraux dont les réflexions sont généralement biconcaves et très étroites comme la Calcite et le Quartz ce qui témoigne sur une bonne cristallisation, par contre pour l'illite, la goéthite, et la chlorite ou les pics sont étalés ce qui témoigne un mode de cristallisation incomplète.

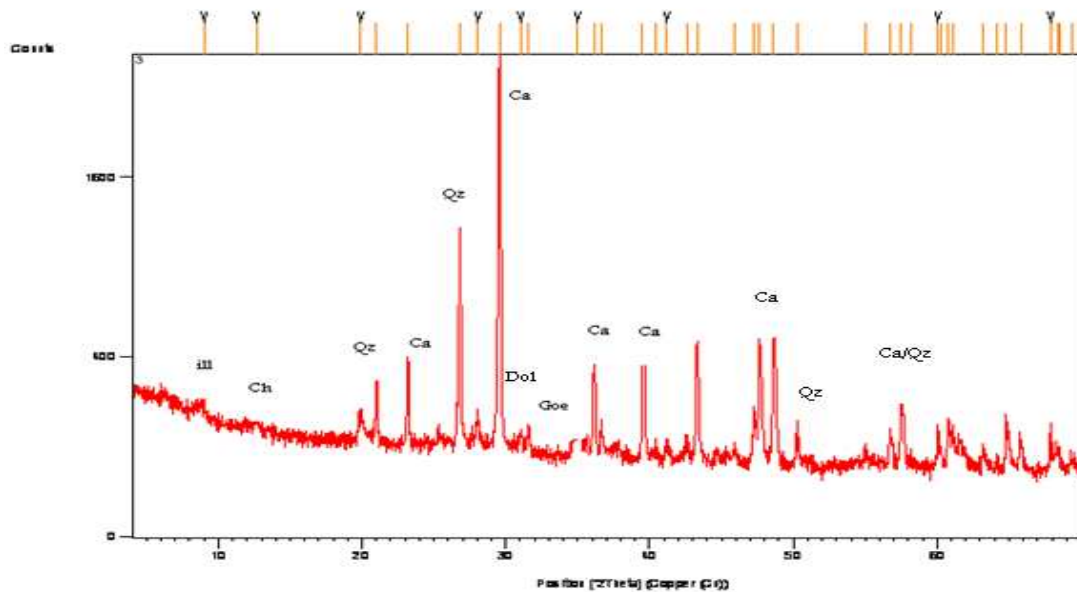


Figure.13: Diffractogramme des deux échantillons BA et ZA1.

Pour l'échantillon ZA3 (Fig14.) est constituée principalement par l'illite, le quartz et la calcite.

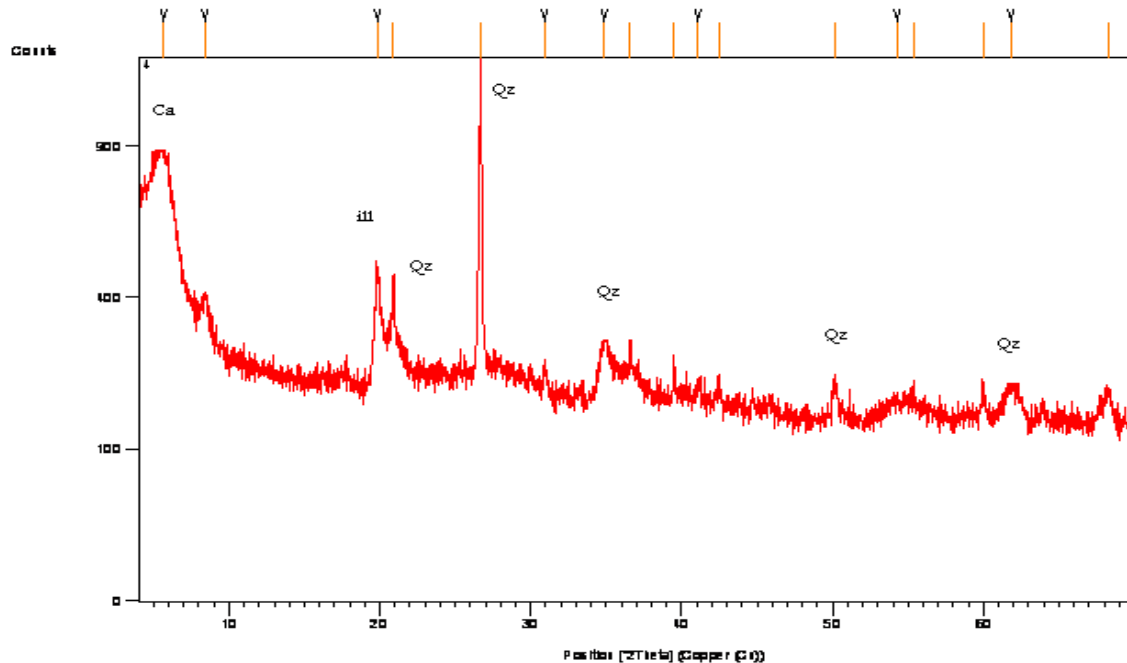


Figure. 14. Diffractogramme de l'échantillon ZA3

Les minéraux argileux :

Les illites

Les illites ont généralement des pics larges, très peu individualisées et peu intenses témoignant d'une cristallinité médiocre

L'illite est un minéral argileux de type 2/1 ou T.O.T cela signifie qu'un feuillet d'illite est formé de trois couches : Une couche octaédrique ; $\text{Al}(\text{OH})_2$: 7 atomes pour 6 sommets + l'aluminium au centre. Les hydroxydes et l'oxygène étant partagés entre les différents octaèdres qui composent la couche ; Et deux couches tétraédriques qui recouvrent de chaque côté l'octaédrique, SiO_4 : 5 atomes pour 4 sommets + le silicium au milieu. Les oxygènes étant partagés entre les différents tétraèdres qui composent la couche

Données accessoires :

Couleur : gris-blanc, argenté, parfois avec reflets verdâtres

Classe cristalline ou groupe d'espace : prismatique

Système cristallin : monoclinique

Clivage : parfait à (001)

Densité : 2,79-2,8

Les chlorites :

Les chlorites sont des minéraux 2/1/1 ou T.O.T.O. Les couches tétraédriques sont formées de tétraèdres de silice (SiO_4) ou le silicium est souvent substitué par Al^{3+}

Rarement Fe^{3+}

Données accessoires :

Densité : 2,6 à 2,96

Dureté : entre 2 et 2,5

Couleur : vert plus ou moins sombre

Fusibilité : température approximative de fusion de 1400°C

Minéraux non argileux :

La calcite : est un carbonate de calcium (CaCO_3) cristallisant dans le système rhomboédrique. Minéral très répandu, il est typiquement sédimentaire

Ce carbonate de chaux se dissocie vers 1000°C en CaO et CO_2 . CaO est réfractaire mais peut se combiner avec la silice et l'alumine pour former des silico-alumines fusibles

Le quartz

De formule chimique SiO_2 , le Quartz cristallise dans le système hexagonal

En général la silice se rencontre sous deux formes dans les argiles

- A l'état libre sous forme de quartz (sable, silts, etc...) la quantité et la grosseur des grains auront une importance primordiale sur la plasticité, une argile siliceuse à grains fins sera plus plastique qu'une argile siliceuse à grains grossiers

Dans la nature on rencontre rarement des argiles sans silice libre

- A l'état combinée avec l'alumine, elle entre dans la formule des silicates, dans cet état il n'est pas une impureté. On trouve également un peu de silice à l'état de gel de silice ou de silice hydratée, mais toujours en faible quantité

La goethite :

La goethite est une espèce minérale variété d'oxyhydroxyde de fer (III)

Se présentant lorsqu'il est cristallisé sous forme d'aiguilles, peut être intéressante pour les collectionneurs elle est exploitée comme minerai de fer, mais aussi comme pigment.

La goethite se trouve dans les sols riches en fer, par altération d'autres minéraux telles que la sidérite, mais elle peut se former par action hydrothermal.

On la trouve aussi sous forme massive dans ce cas elle se présente sous forme de coussinets de couleur noire on la repère facilement à son poids.

La goethite connue depuis la préhistoire où elle servait de pigment naturel pour les peintures

III. Essais technologiques

III.1. Essai d'identification

II.1.1. La teneur en eau

La connaissance de la teneur en eau est très importante car elle permet avec d'autres caractéristiques, d'apprécier l'état dans lequel se trouve ce sol.

ZA3 présente une teneur de 3,57%, ZA1 de 1,8% et BA une valeur de 1,5%

II.1.2. Analyse granulométrique

A. Analyse granulométrique humide

Sable fin	Sable moyen	Sable grossier	
0,53	0,25	1,7	BA
1,69	0,13	0,16	ZA1
0,21	0,12	0,04	ZA3

Tableau 9 : le pourcentage des sables

D'après le tableau ci-dessus les pourcentages des sables ne dépassent pas 2% et ZA3 est le plus pauvre en sables

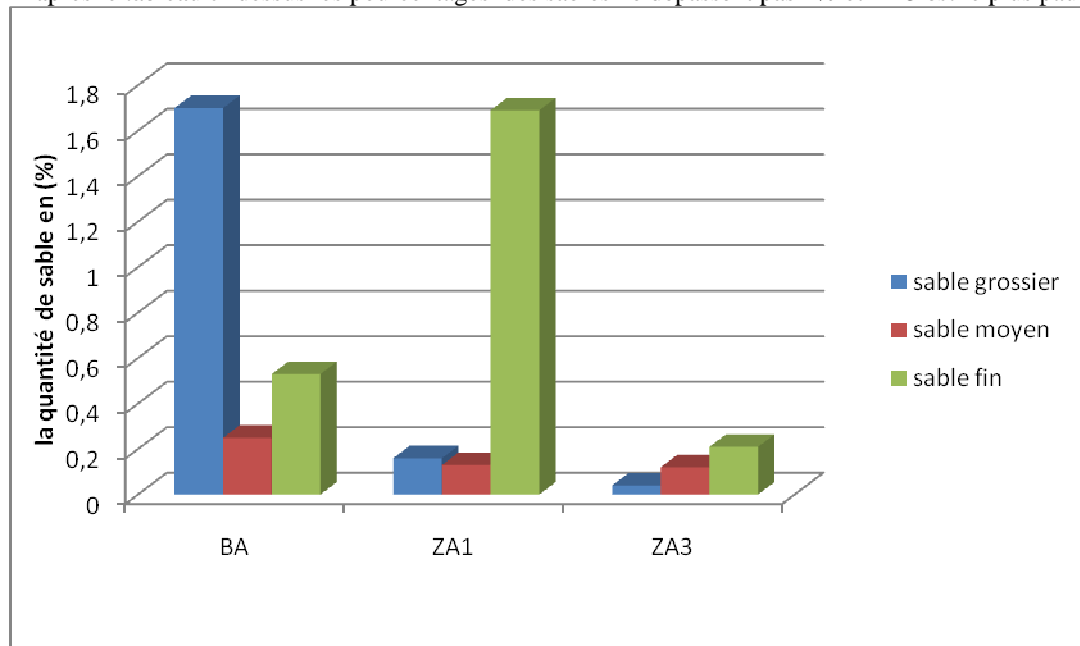


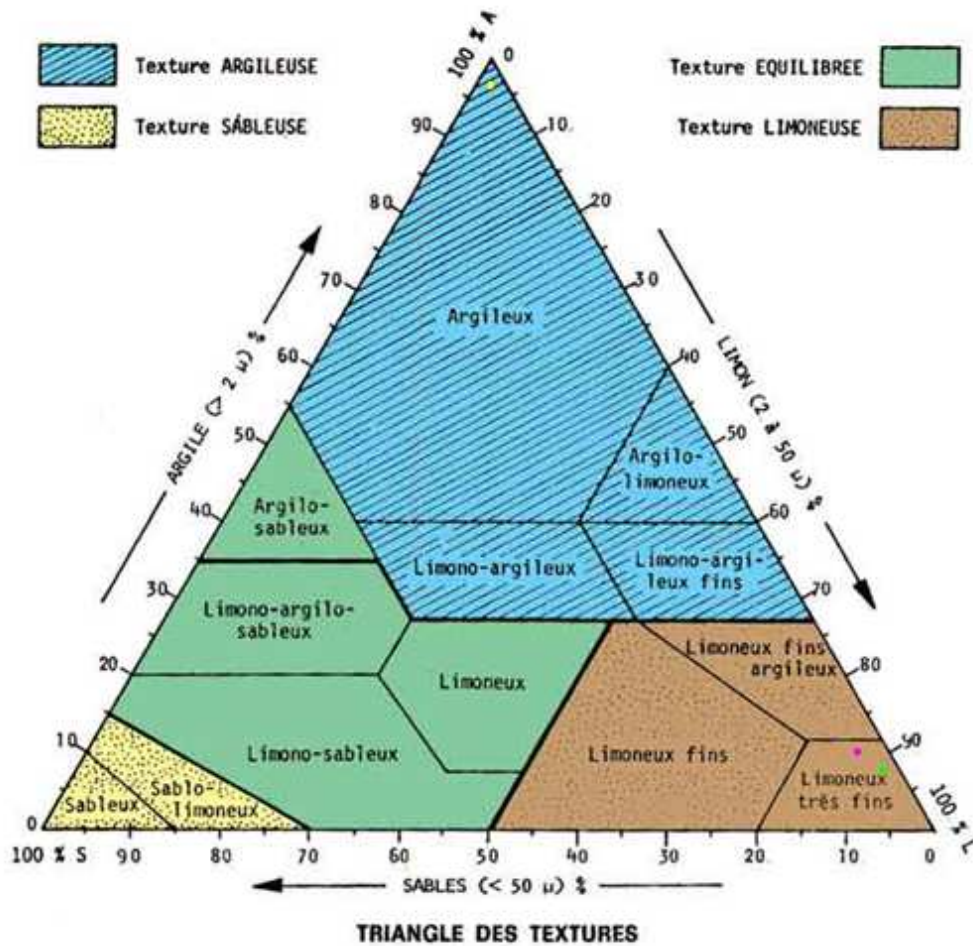
Figure 15 : graphique montrant les pourcentages des sables dans nos échantillons

B. Pipette de Robinson

%Sable	%Argile	%Limons	
0,74	10,1	89,9	BA
0,59	5,88	94,12	ZA1
0,11	98,67	1,33	ZA3

Tableau10: les pourcentages des limons, des argiles et des sables dans nos échantillons

Triangle des textures



Figur

re 16; triangle de texture

La légende :

- BA
- ZA1
- ZA3

D'après le triangle de texture on constate que la texture de BA et ZA1 est une texture limoneux très fin par contre ZA3 a une texture argileux .

II.1.2. Bleu de méthylène

0,24	BA
0,81	ZA1
3,4	ZA3

Tableau 11 : résultat du bleu de méthylène des échantillons

La surface spécifique la plus élevée est de ZA 3 qui est de $7,11\text{m}^2/\text{g}$ ce qui désigne qu'il absorbe la quantité du bleu de méthylène plus que les autres, et la surface de BA et ZA1 sont respectivement 5,02 et 4,18

II.1.3. Limites d'atterberg

Ic	Ip	W _L	W _P	échantillon
1,49	34,42	53,04	18,62	BA
2,59	14,85	40,32	25,47	ZA1
2,71	25,4	72,69	47,29	ZA3

Tableau 12 : résultats des limites d'atterberg

$W_L < 35\%$	Plasticité faible
$W_L = 35 - 50\%$	Plasticité intermédiaire
$W_L = 50 - 70\%$	Plasticité élevée
$W_L = 70 - 90\%$	Plasticité très élevée
$W_L > 90\%$	Plasticité extrêmement élevée

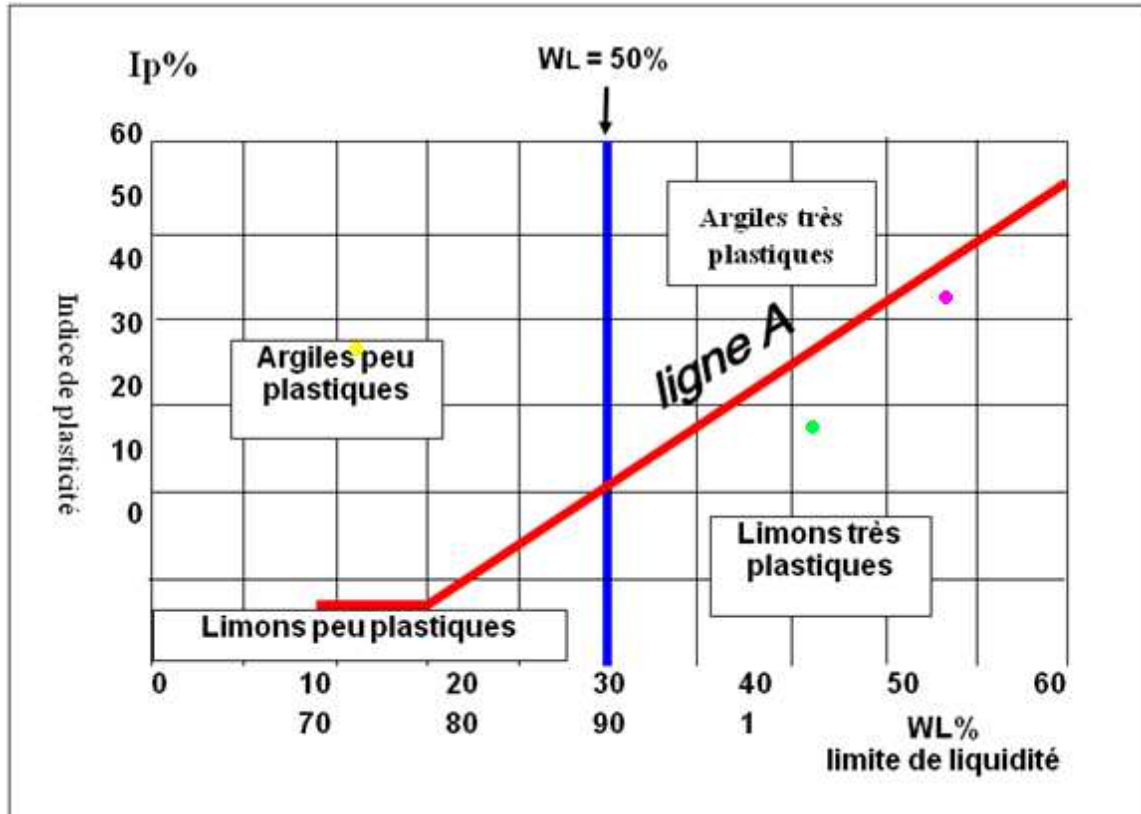
Tableau 13. Classification des sols (d'après Boeck cité par Filliat)

Selon la classification de Boeck, l'échantillon BA a une plasticité élevée, ZA1 comme matériau qui a une plasticité intermédiaire et ZA3 présente une plasticité très élevée.

Etat du sol	Indice de consistance
Liquide	$I_c < 0$
Plastique	$0 < I_c < 1$
solide	$I_c > 1$

Tableau 14. Etat du sol en fonction de l'indice de consistance.

Selon le tableau ci-dessus l'état des trois échantillons est solide cet indice croît en même temps que la consistance du sol à partir de 1



Légende :

- BA
- ZA1
- ZA3

D'après le diagramme ci-dessus BA et ZA1 se sont des limons très plastiques par contre ZA3 est un argile peu plastique.

III.2. Essai sur briquettes

III.2.1. Séchage à l'air libre

III.2.1.1. Perte de poids

Les courbes de la perte de la perte de poids en fonction du temps et en température de 105°C montrent généralement des droites descendant

La perte de poids due à l'évaporation de l'eau des briquettes c'est l'eau absorbée cela entraîne une diminution de volume,

Ce mécanisme est dû à la quantité d'eau absorbée dans l'échantillon et à la condition atmosphérique

BA :

C'est au cours des 1ere 72h que le maximum de perte de poids est atteint pour l'échantillon et après, il commence à se stabiliser jusqu'à la stabilisation et à 105°C ont a une chute du poids qui s'explique par l'évaporation de l'eau zéolithique (eau inséré entre les feuillets ou dans les cavité de la structure cristalline elle

occupe une place bien définie dans le réseau) et d'autre part la déshydratation de certains minéraux contribue à la diminution du poids et du retrait ,

ZA1 :

Le poids de ZA1 a commencé à se stabiliser à partir du 5^{ème} jour et à 105°C de même il a subi une chute de perte de poids

ZA3 :

Cet échantillon contient une quantité importante d'eau absorbée ce qui explique la perte de poids qui est importante durant les 4 premiers jours et aussi comme les deux échantillons précédents il a subi une chute de perte de poids.

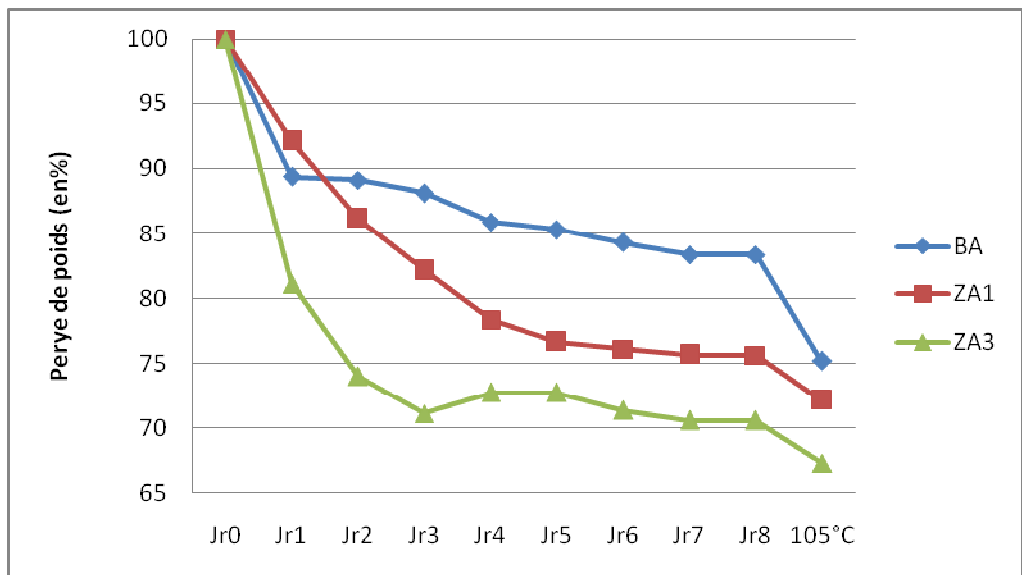


Figure 17: Evolution de la perte de poids au cours du séchage à l'air libre et à l'étuve à 105°C des trois échantillons

III.2.1.2. Retrait

L'évolution du retrait en fonction du séchage et du temps est conditionnée par la quantité d'eau liée ainsi que la disposition des briquettes.

Pour les trois échantillons nous remarquons qu'en général la courbe a une forte pente durant les premiers jours c'est la première phase de la perte en eau, durant cette phase les particules minérales ont tendance à se contacter pour occuper l'espace laissé par l'eau libre de façonnage qui s'évapore, après la courbe devient de plus en plus douce durant cette phase le reste de l'eau de façonnage est éliminée et l'évaporation touche l'eau de constitution et donc les points de contacts entre les particules solides sont en nombre suffisant pour assurer la tenue de la forme de la briquette d'où le ralentissement du retrait, les derniers jours à l'air libre la pente devient subhorizontale chose qui traduit un arrêt du retrait ce blocage du retrait est le résultat de l'apparition d'un nombre suffisant de points de contact entre les particules de l'échantillon à cause de l'épuisement de l'eau d'imbibition

Et à 105°C on remarque que le retrait des deux échantillons ZA1 et BA est resté stable malgré qu'ils sont soumis à un chauffage dans l'étuve à 105°C mais le retrait de l'échantillon ZA3 est diminué d'une petite quantité

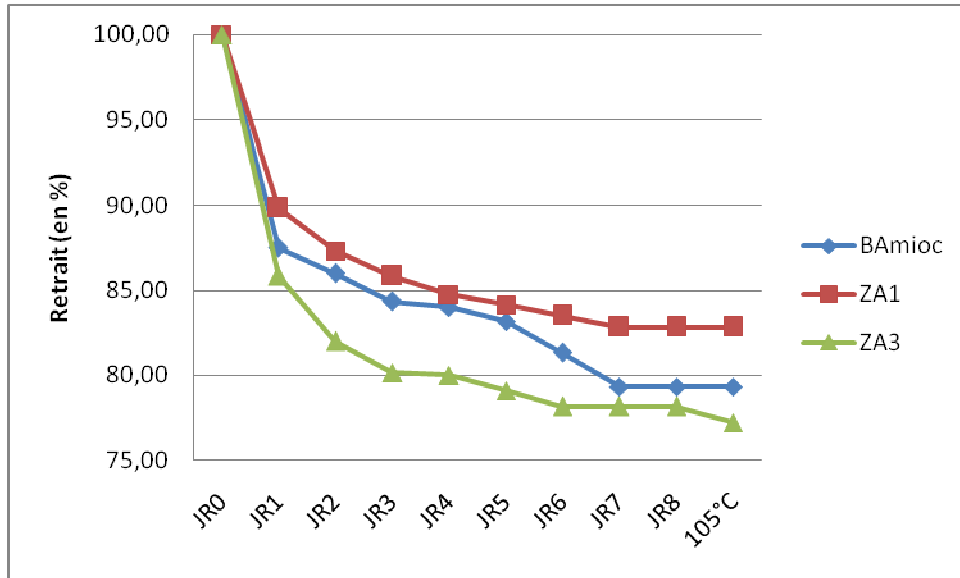


Figure 18: Evolution du retrait au cours du séchage a l'air libre et a l'étuve à 105°C des trois échantillons

III.2.2.Effet de la cuisson

III.2.2.1.Retrait

Les deux échantillons BA et ZA1 montre une faible dilatation au cours des trois températures

Le 3eme échantillon ZA 3 est cassé à cause du fort retrait

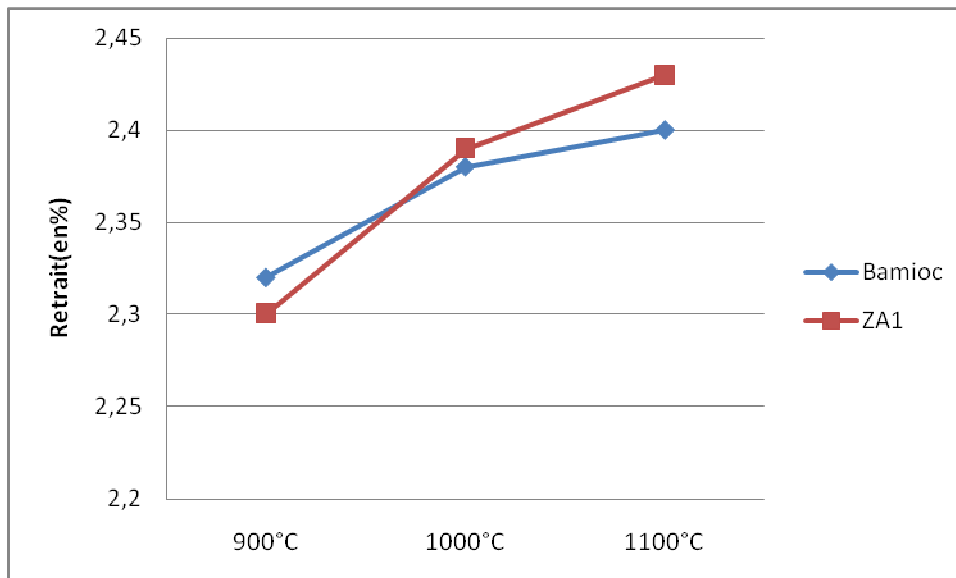


Figure 19 : Evolution du retrait des deux échantillons en fonction de la température

III.2.2.2.Perte de Poids

La perte de poids est généralement attribuée à la déshydratation, sous l'action de la température des espèces minérales en présence, et donc de la nature de ces espèces

A 900 °C: les 3 échantillons ont une perte de poids d'environ 30%

A 1000 °C : il y a une forte perte de poids des 2 échantillons ZA1 et BA pour BA 33,2 % et ZA1 30,71%, et ZA3 est cassée c'est peut-être à cause d'une teneur très élevée de la matière organique et la destruction du réseau cristallin à cause de la déshydratation complète de l'eau de constitution

A 1100 °C : les réactions de perte de l'eau de constitution de différentes phases minéralogiques se poursuivent, BA a une perte de poids de 31,4% et ZA1 de 28,11% et le fameux ZA 3 qui a une perte de poids de 40% et on a remarqué qu'il est très léger

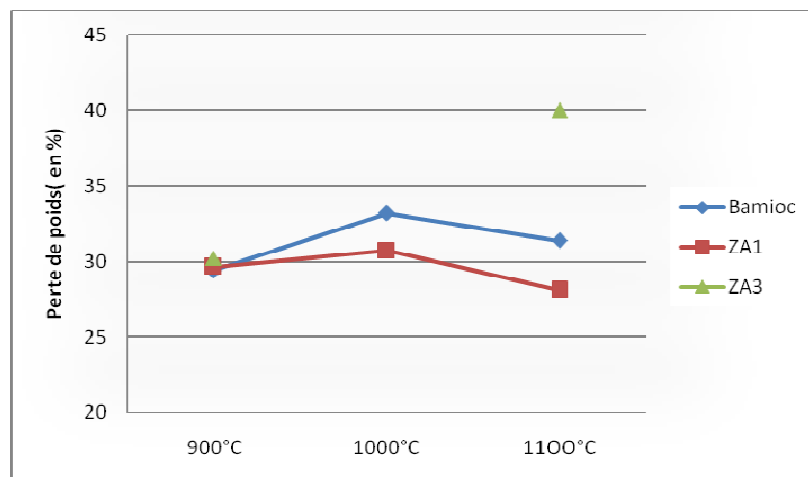


Figure 20 : Evolution de la perte de poids des trois échantillons en fonction de la température

III.2.2.3. Porosité

Après la cuisson, le matériau obtenu, est poreux cette porosité est constituée de :

- Une macroporosité : due aux bulles d'air et aux végétaux par leur empreinte, qui constituent donc des vides supplémentaires à la porosité due au départ de l'eau de modelage
- Et d'une microporosité au niveau des structures argileuses détruites, elle est caractérisée par des microcavités communicant tout plus au moins entre elles et avec l'extérieur : c'est ce qu'on appelle une porosité ouverte par opposition à la porosité fermée qui est celles des bulles incluses dans les verres

En effet, il faut signaler que plus la porosité augmente plus le coefficient d'isolation thermique du matériau croit ; mais parallèlement, la fragilité de la terre cuite augmente aussi

La courbe de l'évolution de la porosité en fonction des températures de cuisson montre, généralement des droites descendant depuis 900°C jusqu'à 1100 à l'exception de ZA₃ qui augmente en porosité progressivement et il est devenu très poreuse en 1100°C due à la dilatation de certain minéral phénomène d'alveolage

L'évolution de la porosité au cours des cuissons est liée à la quantité de phase liquide produite par l'élévation de la température .cette phase liquide remplit les pores préexistant

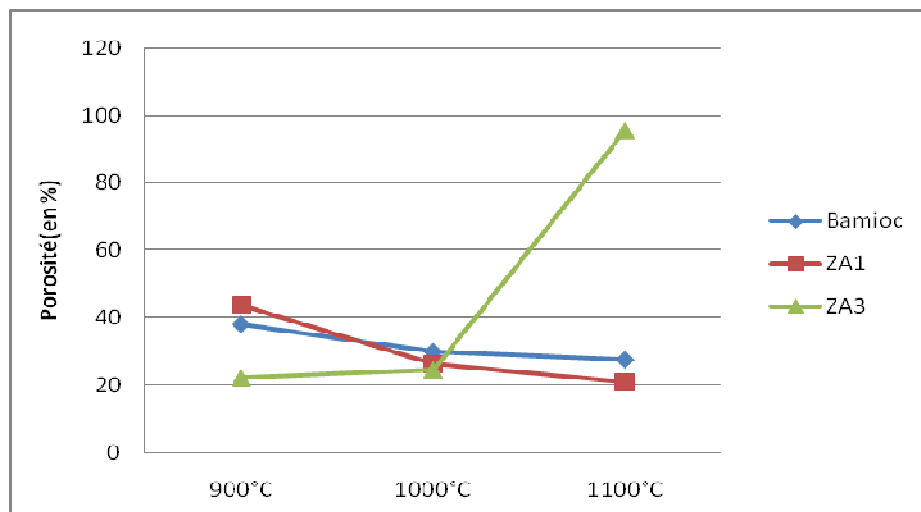


Figure21 : Evolution de la porosité en fonction de la température

III.2.2.4. Couleur

-A 900°C : la couleur de BA de teinte rosâtre, ZA1 marron clair, et ZA3 est de couleur orange foncée

-A1000°C : BA il devient plus clair avec l'apparition des taches blanches après la porosité, ZA1 devient plus clair aussi, et ZA3 devient plus foncée

-A1100°C : BA et ZA1 s'éclaircit de plus en plus, par contre ZA3 devient plus foncée La couleur est due à la présence du fer.

III. 3.Essai rhéologique

→Essai de coulabilité

Dans une suspension argileuse, les particules élémentaires sont soumises a deux types de forces antagonistes

Des forces de répulsion dues a leur charges négatives.

Des forces d'attraction moléculaires (ou forces de Van der Waals)

Toute modification de l'atmosphère ionique se reflète, directement, sur l'état de stabilité de la suspension argileuse, ainsi une suspension est stable (défloculée) lorsque les forces de répulsion prédominent, alors que la floculation résulte de la domination des forces d'attraction.

Défloculation :

Généralement, les courbes de défloculation se présentent en cloche renversée. Ces courbes peuvent être subdivisées en trois parties :

Une première partie descendante pour les trois échantillons, de très forte pente. Durant cette phase les ions Na^+ ajoutés sous forme de silicate se trouvent retenus dans l'atmosphère ionique des particules argileuses, impliquant une disproportion entre les forces attractives et les forces répulsives. Cette disproportion étant en faveur de ces derniers, entraîne la défloculation de la suspension argileuse, jusqu'à un équilibre soit atteint.

Une deuxième partie : c'est la zone de stabilisation de la suspension argileuse

Durant cette phase, l'équilibre étant atteint, la suspension se comporte comme une solution tampon en intégrant des quantités croissantes d'ions Na^+ sans grandes implications sur l'état de stabilité de la suspension jusqu'à rupture de cet équilibre

Une troisième partie ascendante, de pente variable, ZA1 qui a une grande pente par rapport aux deux autres. La rupture de l'équilibre ionique étant atteinte par l'apport d'un excédent d'ions Na^+ . En effet, quand cette concentration dépasse certaines valeurs propres à chaque échantillon.

Plombage :

C'est le cas de l'échantillon ZA3 tout au début de sa défloculation, voit sa viscosité chuter brutalement, et il y a séparation de 2 phases : un dépôt grossier au fond du récipient, surmonté par une phase en suspension fluide.

Cet échantillon ne coule généralement pas et la séparation en deux phases persiste, même si l'on continue l'ajout de silicate de sodium

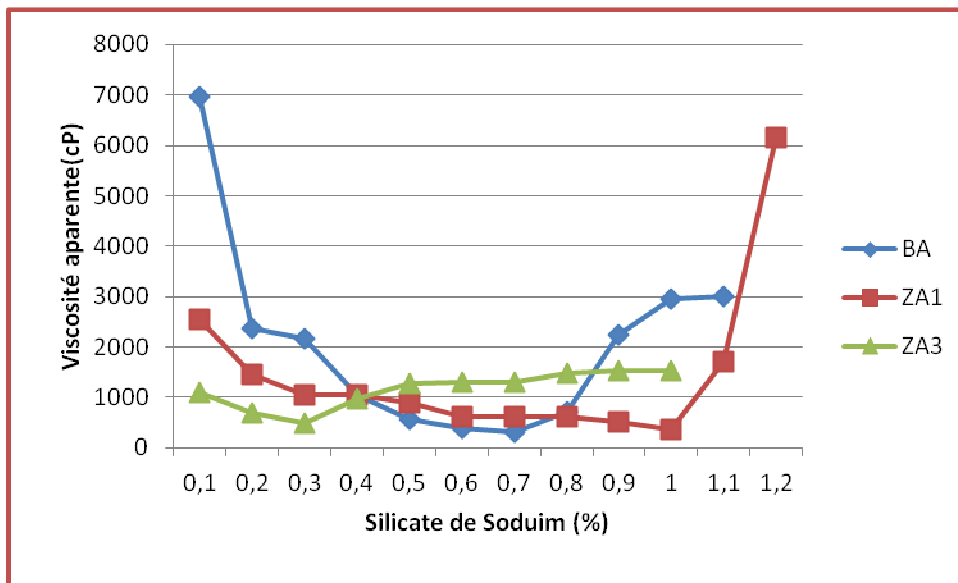


Figure 22 : évolution de la viscosité

IV. Quelques corrélations possibles

IV.1 .pH et conductivité

La corrélation entre le pH et la conductivité est une corrélation positive

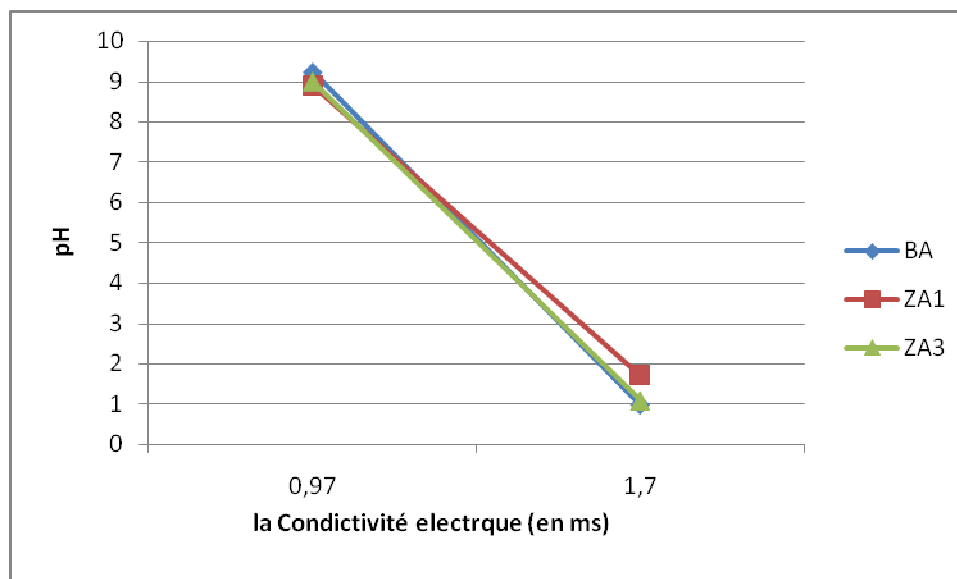


Figure 23 : l'évolution du pH en fonction de la conductivité électrique

VI .2.Le poids et le retrait

Les courbes de retrait en fonction de la perte de poids (fig. 17) montrent généralement

Deux phases importantes :

- Une première phase dont le segment descend brusquement dès le premier jour, correspond à une diagonale à forte pente c'est la phase de la perte d'eau libre ou de l'humidité des briquettes soumis au séchage. Durant cette phase les particules minérales vont se déplacer tant qu'il reste dans la pâte une quantité d'eau suffisante en se rapprochant pour occuper l'espace vide laissée par le départ de l'eau libre.
- Une deuxième phase dont le segment est subhorizontale reflète en général une légère augmentation du retrait d de la perte de poids, durant cette phase le retrait se stabilise en dépit de la poursuite de la perte de poids qui témoigne de l'épuisement par évaporation du volume d'eau restant, ce blocage du retrait est essentiellement le résultat de l'apparition d'un nombre suffisant de point de contact entre les particules solide

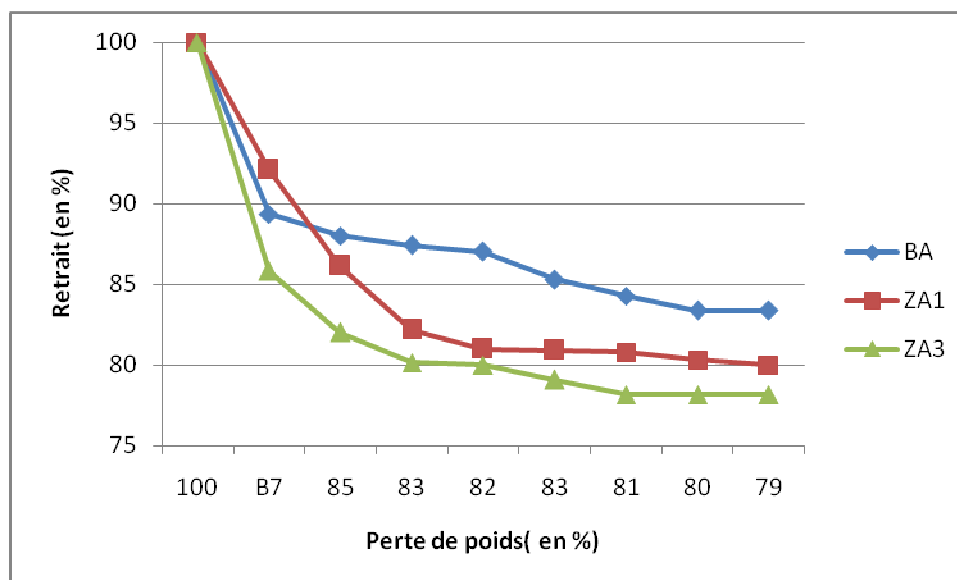


Figure 24 : l'évolution du retrait (en %) en fonction de la perte de poids (en %)

Conclusions et perspectives

Il est bien entendu que le degré de certitude sur les possibilités d'emploi d'une matière première dépend de l'état d'avancement des études technologiques entreprises.

Ce travail s'inscrit dans le cadre de valorisation physico-chimique, minéralogique, et technologique des marnes de la région de Sidi Kassem.

Dans l'étude géologique régionale des rides pré-rifaines nous avons pu passer en revue l'ensemble des domaines structuraux, à cheval dans la zone étudiée.

Cette étude nous a permis d'apporter des éléments de réponse à certaines réactions des matériaux, crus et au cours de la cuisson ainsi que leur relation avec les caractéristiques intrinsèques de ces substances.

Les recherches menées dans ce projet illustrent les faits saillants suivants :

De points de vue géochimiques et minéralogiques :

- Les analyses par ICP ont montré que le pourcentage des oxydes dans nos échantillons ne dépasse pas 7%
- Les minéraux qui sont bien cristallisés dans BA et ZA1 sont : le quartz, la calcite et dans ZA3 : la calcite, le quartz, et l'illite

De points de vue technologiques :

- BA et ZA1 à une faible dilatation après chaque cuisson par contre ZA3 dans une température de 1100°C a subi une forte dilatation à cause de la déshydratation de certains minéraux.
- La reprise de poids entre deux températures de cuissons successives est due aussi à la dilatation de certains minéraux.
- L'excès de perte de poids était dû à la réaction de décarbonatation des marnes.

BIBLIOGRAPHIE

- **Bouyhyaoui F. (1996)**, étude géologique, minéralogique et technologique des marnes Miocène supérieur a Pliocène inférieur de la région Fès-Meknès et de Rabat-salé .Thèse 3^{eme} cycle fac Sc. Rabat ,223p.
- **Chouikh L. (2009)**, Etude et valorisation industrielle des marnes du domaine des rides pré-rifaines, 33p.
- **ELkorchi R. (2009)**, valorisation micro-industrielle des marnes miocènes du couloir sud rifain (région de Taza) ,37p.
- **EL Qandil M. (2007)**, Recherche et valorisation des matériaux de construction et des argiles industrielles dans les provinces nord centrales du Maroc ; possibilité d'exploitation et problème environnementaux. thèse d'état .Fac. Sc. ; Rabat ,340p.
- **Msaddaq K. et Alaoui yazidi (2002)**, étude géologique, hydrogéologique, de la zone des rides pré-rifaines ,63p .
- **Rapport SCPE(1996)** , synthèse géologique, géophysique et pétrolière des rides pré-rifaines consulté a l'Office National de Recherche et d'Exploitation Pétrolière (ONAREP).
- **Rachid A. (1997)**, les bassins néogènes du sud rifain et du rif nord oriental (Maroc) : sédimentologie , paléogéographie ,et évolution dynamique .Thèse Es-Science , Fès ,333p.

