

UNIVERSITE ASSANE SECK DE ZIGUINCHOR



UFR Sciences et Technologies

Département de Chimie



Mémoire de Master

Mention : Science des Matériaux

Spécialité : Chimie du Solide et des Matériaux

Études géotechnique et minéralogique d'argiles de deux sites argileux de Boké (Guinée Conakry) en vue de leur valorisation dans l'éco-construction.

Présenté par : Samsidine DIATTA

Soutenu publiquement le 11 Janvier 2025 devant le jury composé de :

Président :

Dr Mbaye Diagne MBAYE	Maitre de conférences	CAMES	UASZ
-----------------------	-----------------------	-------	------

Rapporteur :

Dr Saidou Nourou DIOP	Maitre de conférences	CAMES	UASZ
-----------------------	-----------------------	-------	------

Examineurs :

Dr Insa BADIANE	Maitre-Assistant	CAMES	UASZ
-----------------	------------------	-------	------

Dr Albert Manga BADIANE	Chercheur-Associé	LCPM	UASZ
-------------------------	-------------------	------	------

Co-Directeur de stage :

Dr Abdou MBAYE	Maitre-Assistant	CAMES	UASZ
----------------	------------------	-------	------

Directeur de stage :

Prof Magatte CAMARA	Professeur-Titulaire	CAMES	UASZ
---------------------	----------------------	-------	------

Dédicaces

Je rends grâce à ALLAH, l'unique tout-puissant, qui m'a donné la santé, la force, le courage...

Et m'a permis de tenir bon pour faire ce travail.

Je dédie ce travail.

À ma maman Mariama **SADIO**.

À mon papa, Martiny **DIATTA**.

À mon Co-directeur de stage, docteur Abdou **MBAYE** et à toute sa famille.

À feu Roger **SADIO**.

À feu Papa Aly **GAYE**.

À mon défunt tuteur Moussa **DIATTA**.

À mon maître du CE2 au CM2 Boubacar Alassane **MAIGA**.

À mes frères et sœurs.

À tous mes professeurs.

À mes camarades de promotion de Thiès à Ziguinchor.

À mes amis d'enfance.

À tous ceux qui ont de près ou de loin contribué à ma réussite.

Remerciements

Mes premiers remerciements les plus sincères vont à l'endroit de mon encadrant, Dr Abdou **MBAYE** d'avoir bien voulu diriger ce travail. C'est grâce à ses qualités humaines et scientifiques que j'ai pu mener à bien ce travail. Son soutien permanent, surtout la pertinence des jugements scientifiques, le bien-fondé de ses suggestions et son sens de la compréhension humaine, sont le témoignage de ma sincère.

J'exprime ma profonde reconnaissance à mes parents pour leurs soutiens.

Je tiens à exprimer ma gratitude au Docteur Mbaye Diagne **MBAYE** qui m'a fait un grand honneur de présider le jury de ce mémoire.

J'exprime ma vive reconnaissance au Pr Magatte **CAMARA** d'avoir accepté être mon directeur de stage.

J'exprime ma vive reconnaissance au Dr Saidou Nourou **DIOP** d'avoir accepté d'être le rapporteur de ce travail et de le juger.

J'exprime ma vive reconnaissance aux docteurs Insa **BADIANE** et Albert Manga **BADIANE** d'avoir accepté d'être les examinateurs de ce travail.

J'exprime aussi mes vives reconnaissances au docteur Thierno **BARRY** pour son soutien.

J'exprime ma profonde reconnaissance au corps professoral et à l'administration du lycée de Diattacounda, plus particulièrement à Babacar **DIAGNE**, mon professeur de maths-PC au CEM de Diattacounda, et à Abdoulaye **BADJI**, mon professeur de PC au lycée de Diattacounda.

À tous mes encadreurs, plus particulièrement au docteur Abdou **MBAYE**, à Saidou Nourou **DIOP**, Magatte **CAMARA**, Diouma **KOBOR**, Insa **BADIANE**, Diadioly **GASSAMA**.

À mes tuteurs à Thiès : oncle Alpha **MANE** et sa femme, mère Penda **SADIO** et père Arfang **SADIO**. À mes tuteurs à Ziguinchor : oncle Moussa **DIATTA** et mes tantes.

Mes remerciements vont également à l'endroit de tous les étudiants du département de chimie, plus particulièrement à mes camarades de promotion, à mes amis et à ma famille: Amade **BAKHOUM**, Amadou **GUEYE**, Abdou Camara **DIOP**, Marie Pierre LG **NDIAYE**, Absa Sabdou **SECK**, Sokhna **SOUARE**, Ndeye Awa **NDIAYE**, Fabien **DIATTA**, Aissatou **DIANDY**, Marie-Madeleine Atome **BASSENE**, Elhadj **DIOP**, Bacar **TUNKARA**, Mansour **SADIO**, Djibril NIANE **DIATTA**, Abdoulaye **MANE**, Youssouph **MANE**, Khady **DIATTA**, Ansata **DIATTA**, Yacer **DIATTA**, Sana **MANE**, Saly **SADIO**, Ismaila **MANE**, Lansana **DIATTA**, Anna **DIATTA**, Ousseye **DIATTA**, Malamine **MANE**, Boubacar **MANE**, Alassane **DIATTA**, Cheick Ameth Tidiane **DIATTA**, Aliou **MANGAL**, Maimouna **DIATTA** et Lamine **MANE**, pour leurs soutiens.

Résumé

Dans le but de contribuer à la valorisation des matériaux argileux de Boké (Guinée Conakry) dans l'éco-construction, il a été question de procéder à une étude géotechnique et minéralogique des argiles prélevées dans la commune de Boké (Guinée Conakry). Diverses techniques expérimentales telles que la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie infrarouge (IR), l'analyse chimique et les analyses thermiques (ATG/ATD), les limites d'Atterberg ont été utilisées pour caractériser les argiles. Il ressort de cette caractérisation que les argiles de Boké sont composées des minéraux argileux tels que la kaolinite, l'illite, la muscovite et le microcline associés à des impuretés telles que l'hématite, la gibbsite et la boémite. La caractérisation géotechnique faite sur l'échantillon argB2 montre que c'est une argile à haute plasticité avec un indice de plasticité $IP (\%) = 57,48$, la classant parmi les argiles de type A3. La présence de minéraux argile notamment la kaolinite et l'illite associées au quartz montre que nos échantillons peuvent être utilisés dans le domaine de l'éco-construction après ajout de fondant comme la silice.

Mots Clés : Kaolinite, illite, muscovite, éco-construction, Boké, valorisation

Abstract:

In order to contribute to the valorization of clay materials from Boké (Guinea Conakry) in eco-construction, it was a question of carrying out a geotechnical and mineralogical study of the clays taken from the commune of Boké (Guinea Conakry). Various experimental technicals such as X-ray diffraction (XRD), infrared spectroscopy (IR), chemical analysis and thermal analyzes (TGA/DTA), Atterberg limits have been used to characterize clays. It emerges from this characterization that the Boké clays are composed of clay minerals such as kaolinite, illite, muscovite and microcline associated with impurities such as hematite, gibbsite and boehmite. The geotechnical characterization carried out on the argB2 sample shows that it's a high plasticity clay with a plasticity index $IP (\%) = 57.48$, classifying it among the A3 type clays. The presence of clay minerals, notably kaolinite and illite associated with quartz, shows that our samples can be used in the field of eco-construction after adding a fondant such as silica.

Keywords: Kaolinite, illite, muscovite, eco-construction, Boké, valorization.

Table des matières

Dédicaces.....	ii
Remerciements	iii
Liste des figures	viii
Introduction	1
Chapitre I: Synthèse bibliographique	3
I. 1 Généralités.....	4
I.1.1 Origine des argiles.....	4
I.1.2 Définition	4
I.2 Structures et classification des argiles.....	5
I.2.1 Structures des argiles.....	5
I.2.1.1 Couche tétraédrique (coordinance 4)	5
I.2.1.2 Couche octaédrique (coordinance 6).....	6
I.2.2 Classification des argiles.....	7
I.2.2.1 Minéraux phylliteux	8
I.2.2.1.1 Minéraux de types T-O ou 1/1	8
I.2.2.1.2 Minéraux de types T-O-T ou 2/1.....	9
I.2.2.2 Minéraux fibreux : la Palygorskite et la Sépiolite.....	11
I.2.2.3 Minéraux interstratifiés	12
I.3 Propriétés.....	13
I.3.1 Capacité d'échanges cationiques CEC.....	13
I.3.2 Charge des surfaces argileuses	14
I.3.3 Densité de charge spécifique.....	15
I.3.4 Indice de plasticité.....	15
I.3.5 Pouvoir absorbant et adsorbant	15
I.3.6 Surface spécifique	16

I.3.7 Réactivité.....	16
I.4 Domaines d'application	17
I.4.1 Industrie pharmaceutique et médicale.....	17
I.4.2 Industrie chimique.....	18
I.4.3 Agriculture	18
I.4.4 Industrie du pétrole.....	18
I.4.5 Industrie céramique	18
Chapitre II: Matériels et Méthodes de caractérisation	20
II. 1 Présentation du site de prélèvement.....	21
II.2 Echantillonnage.....	22
II.3 Techniques de Caractérisations.....	23
II. 3.1 Caractérisations géotechniques	23
II.3.1.1 Limites d'Atterberg.....	24
II.3.1.1.1 Limite de liquidité : LL.....	25
II.3.1.1.2 Limite de plasticité : LP	27
II.3.1.1.3 Indice de plasticité : IP.....	28
II. 4.1.1.4 Diagramme de plasticité – abaque de Casagrande.....	28
II. 4 Teneur en eau (TH).....	29
II. 5 Perte au feu	30
II. 3.2 Caractérisation minéralogique	30
II. 3.2.2 Analyse minéralogique (DRX)	31
II.3.2.3 Analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR).....	32
II.3.2.4 Analyse thermique (ATG/ATD).....	33
II.3.2.4.1 Analyse thermique différentielle (ATD).....	33
II.3.2.4.2 Analyse thermogravimétrique (ATG).....	33
Chapitre III: Résultats et Discussions	35
III.1 Caractérisations géotechniques.....	36

III.1.1 Limite de liquidité : LL	36
III.1.2 Limite de plasticité : LP.....	37
III.1.3 Indice de plasticité : IP	37
III.2 Teneur en eau.....	38
III.3 Caractérisations minéralogiques.....	38
III.3.1 Analyse chimique	38
III.3.2 Analyse minéralogique (DRX).....	40
III.3.3 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.....	42
III.3.4 Analyse thermique.....	43
III.3.4.1 Analyse thermogravimétrique et thermique (ATG/ADT).....	43
III.3.4.2 Analyse thermogravimétrique et thermique (ATG/ADT).....	45
Conclusion.....	47
Références bibliographiques	48
Annexes.....	53

Liste des figures

Figure I.1 : représentation d'une couche tétraédrique	6
Figure I.2 : représentation d'une couche octaèdre [13].....	6
Figure I.3 : structure élémentaire de feuillet d'argile [14].....	7
Figure I. 4 : structure des minéraux 1:1 (exemple de la kaolinite) [18].....	8
Figure I.5 : représentation schématique de la structure de kaolinite [11]	8
Figure I.6 : représentation dans l'espace d'un feuillet TOT de phyllosilicates 2:1 [19].....	9
Figure I.7 : représentation schématique de la structure d'une T-O-T [21].	10
Figure I.8 : structure et les sites d'échange d'une illite [28].	10
Figure I.9 : minéraux argileux de type 2:1:1 [22]	11
Figure I.10 : structure des minéraux fibreux : (a) palygorskite ; (b) sépiolite [18].....	12
Figure I.11 : différents modes de succession des feuillets au sein d'une unité interstratifiée [29]	13
Figure I.12 : représentation schématique de la couche interfoliaire dans le cas de cations interfoliaires hydratés [31].	14
Figure I.13 : l'influence de pH du milieu sur la capacité d'échange des minéraux argileux [32].	14
Figure I.14 : adsorption à l'équilibre et échange ionique [31].	17
Figure II.1 : sites de prélèvement	22
Figure II.2 : carte de la région de Boké.	22
Figure II.3 : classification des particules d'un sol [45].....	24
Figure II.4 : domaine des limites d'Atterberg [9]	25
Figure II.5 : appareil de cône de pénétration pour la détermination de WL [40].	26
Figure II.6 : courbe représentative de la relation entre la teneur en eau et l'enfoncement du cône.	27
Figure II.7 : mesure de la limite de plasticité des argiles.....	28

Figure II.8 : diagramme de plasticité– abaque de Casagrande.	29
Figure II.9 : schéma de principe du diffractomètre [51].	32
Figure III.1 : courbe représentative de la relation entre la teneur en eau et l'enfoncement du cône.....	36
Figure III.2 : positionnement des argiles étudiées sur le diagramme d'Augustinik	40
Figure III.3 : diffractogramme des rayons x de l'ArgB1 et l'ArgB2.....	41
Figure III.4 : bandes IR caractéristiques de l'argile (ArgB1) et de l'argile (ArgB2).	42
Figure III.5 : spectres infrarouge des argiles : ArgB1 et ArgB2	41
Figure III.6 : courbe ATG /ATD de l'ArgB1:	44
Figure III.7 : courbe ATG/ATD de l'ArgB2	45

Liste des tableaux

Tableau I.1 : classification des principaux groupes de minéraux argileux ainsi que de leurs espèces : T = couche de tétraèdres ; O = couche d'octaèdres.	12
Tableau I.2 : classification des sols argileux selon l'indice de plasticité.....	15
Tableau I.3 : valeurs de surface spécifique de quelques minéraux argileux[40]	16
Tableau III.1 : limite de liquidité.....	36
Tableau III.2 : résultats des limites d'Atterberg et de l'indice de plasticité.....	37
Tableau III.3 : teneur en eau des argiles.....	38
Tableau III.4 : composition chimique des argiles exprimée en pourcentage massique d'oxyde.	39
Tableau III.5 : bandes IR caractéristiques de l'argile (ArgB1) et de l'argile (ArgB2).	43
Tableau III.6 : résume les données ATG/ATD de l'argile (ArgB1).....	44
Tableau III.7 : résume les données ATG/ATD de l'argile (ArgB2).....	46

Liste des abréviations

AIPEA : Association Internationale Pour l'Etude des Argiles

ArgB : Argile de Boké

ATD : Analyse Thermique Différentielle

ATG : Analyse Thermogravimétrique

C.E.C : Capacité d'échange cationique

DRX : Diffraction des Rayons X

EDS ou EDX : Energy Dispersive X-ray Spectrometry

IR : Infra Rouge

LCPM : Laboratoire de Chimie et Physique des Matériaux

PF : Perte au Feu

T-O : Tétraédrique- octaédrique

T-O-T : Tétraédrique- octaédrique- Tétraédrique

T-O-T-O : Tétraédrique- octaédrique- Tétraédrique- octaédrique

BTC : Bloc de Terre Comprimé

Introduction

L'Afrique connaît forte croissance démographique, accompagnée d'une urbanisation rapide, qui atteindra 2,4 milliards d'habitants d'ici 2050.

L'Afrique a besoin de 4 millions de logements/an, dont 60 % pour loger les citadins [1].

En Afrique subsaharienne, le parc immobilier actuel, principalement construit à base de matériaux cimentaires, pourrait être multiplié par quatre d'ici 2050 [2].

Cette utilisation croissante des matériaux cimentaires présente des inconvénients importants : coût énergétique pour la production, pollution induite, inconfort thermique des maisons en parpaings, émission de gaz à effet de serre. À titre d'exemple, la production d'une tonne de ciment nécessite environ 4,9 GJ d'énergie et émet une tonne de CO₂. Ces gaz à effet de serre sont responsables du changement climatique.

De nos jours, aucun pays n'est épargné par les effets préjudiciables des changements climatiques, à l'image des catastrophes naturelles qui sont de plus en plus fréquentes et dévastatrices. Ces conséquences dues aux changements climatiques sont réelles et partagées par tous. Dans le monde, une des conséquences vécues par chaque résident est le réchauffement climatique.

Ainsi, dans les pays subsahariens, on assiste à une utilisation croissante de la climatisation dans les bâtiments administratifs et les concessions construites à base de ciment. Ce qui se traduit par une augmentation de la consommation d'énergie et, par la même occasion, du budget des ménages. Dans ce contexte, l'utilisation de blocs de terre comprimée (BTC) est une solution crédible intéressante en cours d'expérimentation dans certains pays comme le Burkina Faso [3,4], le Mali [5,6], la Côte d'Ivoire [7]. L'utilisation de ce matériau s'insère convenablement dans une démarche visant à une haute qualité environnementale, puisque le procédé fait appel à un matériau abondant localement et ne nécessitant que peu d'énergie pour sa transformation [8]. Néanmoins, la terre comprimée ne peut pas être employée en construction que si sa cohésion est suffisante [4]. Cette propriété essentielle est principalement due à la présence d'argile qui joue le rôle de liant naturel. Les argiles, connues pour leurs nombreuses qualités et facilement accessibles et peu coûteuses, sont utilisées par les hommes dans de nombreux secteurs, tels que la construction, la santé, l'environnement, l'industrie du pétrole et de la céramique, etc [9]. Dans le secteur de l'habitat, la gamme de production se limitant généralement à des briques pleines de terre crue et rarement à des briques pleines de terre cuite. Ceci résulte probablement du manque de maîtrise de la matière première argileuse et du manque de compétences en technologie des procédés céramiques.

En conséquence, l'utilisation des argiles dans les applications industrielles est directement liée à la connaissance détaillée de leurs propriétés physico-chimiques, raison pour laquelle nous avons entrepris des études géotechnique et minéralogique de deux argiles provenant de deux sites argileux de Boké (Guinée) pour mieux connaître leurs compositions et leurs propriétés, mais surtout pour pouvoir agir sur ces dernières afin d'améliorer et d'élargir leurs applications en vue de leur valorisation dans l'écoconstruction.

Le travail de ce mémoire s'articule autour de trois chapitres :

- Dans le premier chapitre, nous procédons à une étude bibliographique portant sur les types d'argiles, leurs structures, leurs propriétés ainsi que leurs applications.
- Dans le second chapitre, nous décrivons la zone d'étude, les techniques d'échantillonnage ainsi que les techniques de caractérisation de ces argiles.
- Le troisième chapitre porte sur la caractérisation géotechnique et minéralogique de la matière première argileuse de Boké (Guinée).

Chapitre I: Synthèse bibliographique

I. 1 Généralités

I.1.1 Origine des argiles

Les argiles sont des matériaux de décomposition de diverses roches sédimentaires présentes dans la nature. Les argiles se forment dans le cadre du cycle géologique de l'écorce terrestre, qui est principalement constituée de roches silicatées. Elles sont issues de la dégradation et de l'altération physique ou chimique des roches silicatées, par la décomposition des minéraux tels que les granites, feldspaths, micas, etc [10]. L'altération peut être physique, avec l'influence de la température, ou chimique, au contact avec de l'eau [11].

Ces agrégats sont transportés et déposés dans les cours d'eau par le vent ou par l'eau, ce qui forme les minéraux par diagenèse (déshydratation ou compactage) des argiles. Quand ces roches sont exposées aux conditions météorologiques, elles se déforment pour former principalement des argiles [9]. En d'autres termes, les argiles sont des substances cristallines produites par l'altération chimique qui permet la dégradation des particules ou des roches [12].

La réaction de la production d'une argile (exemple d'une argile comme la kaolinite) :



Il est à noter que la structure de ces phyllosilicates peut être modifiée par les pratiques de l'homme. En effet, l'accroissement important de la population mondiale entraîne des rejets massifs dans l'atmosphère des espèces chimiques. Par conséquent, ces rejets massifs perturbent fortement l'équilibre naturel établi au cours de millions d'années [13]. Selon la nature des roches mères et du climat, les minéraux argileux résultants sont différents. En climat froid, l'altération est faible, les minéraux argileux sont identiques ou peu différents des minéraux de la roche d'origine. En climat chaud et humide, l'hydrolyse est poussée. En milieu acide, du fait de la prédominance de l'alumine, on y trouve des argiles qui sont pauvres en silice. En milieu neutre, on a une prédominance de la silice, donc les minéraux obtenus sont riches en silice, et en milieu basique, l'alumine et la silice se dissolvent fortement [14].

I.1.2 Définition

Le terme argile vient du mot grec "argilo" qui est dérivé de "argos", qui signifie blanc et dont la traduction en latin est "argilla" [15]. C'est à partir du XIX siècle que le concept minéral argileux a été défini, alors que son utilisation date des années avant. Les argiles proviennent en grande partie de l'altération chimique de certains minéraux les composant. Il n'existe pas de définition unique du terme argile. Le terme englobe plusieurs notions dont l'une est liée à la minéralogie, à la taille des particules [16], à la plasticité etc. Ce sont des silicates d'alumine hydratés d'une structure en

feuillets empilés qu'on appelle phyllosilicates. Sa définition dépend des propriétés physico-chimiques ainsi que du domaine d'étude :

- ✓ le géologue ou le pédologue définit l'argile comme tout minéral ayant une faible granulométrie et dont la limite est fixée de 2 à 4 micromètres;
- ✓ Pour le céramiste, l'argile est une matière première qui forme une pâte en présence d'eau et se durcit après la cuisson [14].
- ✓ Au sens granulométrique, elle est définie comme l'ensemble des particules ayant un diamètre inférieur à 2µm.
- ✓ Au sens commun, l'argile est une terre grasse composée principalement de silicates d'aluminium hydratés qui sert à la fabrication de briques, de tuiles, de poteries, etc.
- ✓ Au sens minéralogique, ce sont des phyllosilicates (minéraux) en forme de feuillet, formés par la juxtaposition des couches de silice et d'hydroxyde.
- ✓ Au sens pétrographique, c'est une roche sédimentaire plus ou moins cohérente présentant des propriétés de plasticité à l'état humide.

En ce qui concerne ce travail, nous définissons l'argile comme une matière première minérale, possédant des propriétés de plasticité, appartenant à la famille des phyllosilicates et dont le diamètre des particules est inférieur à 2 µm, de formule générale est : $(\text{SiO}_2)_m(\text{Al}_2\text{O}_3)_n(\text{H}_2\text{O})_p$ [17].

I.2 Structures et classification des argiles

I.2.1 Structures des argiles

L'argile est un silicate, simple ou complexe, formée généralement d'une association d'un motif de silice (SiO_2) et d'alumine (Al_2O_3). L'argile est constituée de diverses substances sous forme de particules de très petites tailles telles que les carbonates, les silices, l'aluminium, le sulfure, l'oxyde de fer, l'hydroxyde de fer, l'oxyde de manganèse et les matières organiques. La répétition des molécules de silice forme une couche tétraédrique (T), tandis que la répétition des molécules d'alumine forme une couche octaédrique (O). L'empilement entre ces couches forme un réseau en feuillet appelé feuillet ou couche tétraédrique et ou couche octaédrique [18].

I.2.1.1 Couche tétraédrique (coordinance 4)

La couche tétraédrique est composée de tétraèdres, où chaque atome de silicium est coordonné avec quatre atomes de groupes d'oxygène (O) ou des hydroxydes pour assurer la neutralité des charges et d'un cation central Si^{4+} (figure I.1). Les tétraèdres ou couches tétraédriques « T » se caractérisent par la mise en commun de quatre oxygènes à leurs sommets et un cation central. Trois sommets (oxygène basal) sur quatre, le quatrième étant libre appelé : oxygène apical. Les oxygènes basaux forment un plan d'oxygène de symétrie hexagonale. Le cation central est principalement le Si^{4+}

(unité tétraédrique $(\text{SiO}_4)^{4-}$), fréquemment Al^{3+} (unité tétraédrique $(\text{AlO}_4)^{5-}$), et plus rarement Fe^{3+} (unité tétraédrique $(\text{FeO}_4)^{5-}$). Les oxygènes apicaux des phyllosilicates pointent généralement du même côté du plan défini par les oxygènes basaux.

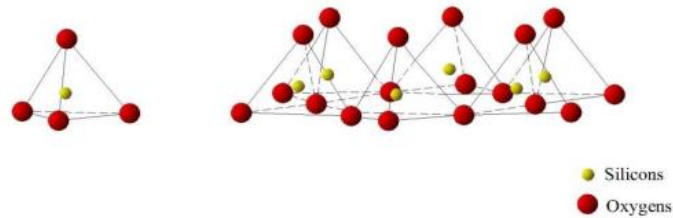


Figure I.1 : représentation d'une couche tétraédrique [19].

I.2.1.2 Couche octaédrique (coordinance 6)

La couche octaédrique est composée d'octaèdres, où le centre est occupé par un cation métallique, généralement l'ion aluminium (Al^{3+}) ou l'ion magnésium (Mg^{2+}), alors que les sommets sont occupés par des oxygènes et des groupes hydroxyles (OH^-) ou F^- . Les octaèdres peuvent être formés par des ions tétravalents (Ti^{4+}), trivalents (Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+}), divalents (Mg^{2+} , Ca^{2+} , Fe^{2+}) et même monovalents (Li^+). Lorsque les cations métalliques sont trivalents, alors seules les 2/3 des positions octaédriques peuvent être occupées par des cations métalliques afin de neutraliser totalement la charge des couches. Dans ce cas, le feuillet est dit dioctaédrique. Si par contre, les cations métalliques sont mono ou divalents, dans ce cas, les trois positions sont remplies par les cations métalliques et la structure est appelée trioctaédrique. Si les atomes métalliques sont de l'aluminium, la structure est la même que celle du minéral gibbsite, $\text{Al}_2(\text{OH})_6$ (figure I.2). Si dans le cas contraire, l'atome métallique est le magnésium, la structure est celle de la brucite, $\text{Mg}_3(\text{OH})_6$. Ces ions aluminium et magnésium dans les couches octaédriques peuvent être remplacés de façon isomorphique par des ions Fe^{3+} , Fe^{2+} , Cr^{3+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} . La substitution la plus fréquente est le remplacement de Al^{3+} par Fe^{3+} ou de Mg^{2+} par Fe^{2+} [19].

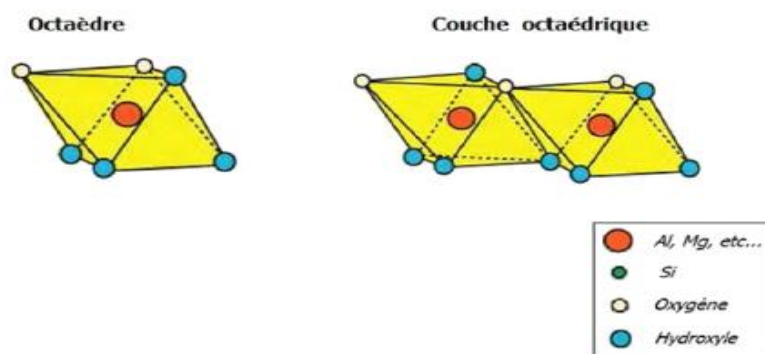


Figure I.2 : représentation d'une couche octaédrique [13].

L'empilement de ces feuillets tétraédriques et octaédriques séparés par un espace, appelé espace interfoliaire (figure I.3), donne la structure des argiles. Ces espaces peuvent être vides ou contenir une couche de cations hydratés ou parfois non hydratés qui assurent la stabilité de la structure, d'où leur appellation de phyllosilicates. Cette juxtaposition de ces feuillets forme le motif de base des minéraux argileux dans lesquels peuvent loger des ions bivalents ou trivalents qui se constituent par empilement d'une ou de deux couches : la couche tétraédrique notée T ou Te dont le cation central est Si^{4+} et la couche octaédrique, notée O ou Oc dont le cation central est Al^{3+} . Les sommets sont occupés par les ions d'oxygène et d'hydroxyles O^{2-} et OH^- . La distance entre les couches appelée distance interfoliaire est soit vide, soit occupée par des cations et des molécules d'eau [20].

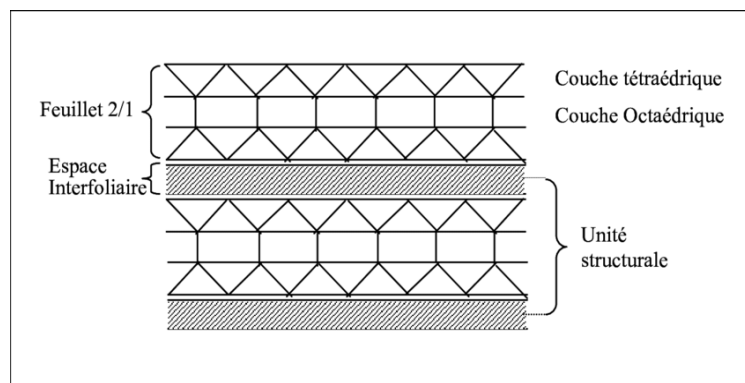


Figure I. 3 : structure élémentaire de feuillet d'argile [14]

I. 2.2 Classification des argiles

Les argiles sont des aluminosilicates plus ou moins hydratés et la majorité des minéraux argileux appartiennent au groupe des silico-aluminates phylliteux. On trouve un nombre conséquent de minéraux argileux, qui se différencient selon l'arrangement des couches tétraédriques et octaédriques et aussi en fonction de l'épaisseur des feuillets [21]. Selon les travaux de l'AIPEA (Association Internationale Pour l'Etude des Argiles)), nous avons classé les phyllosilicates selon des critères bien définis [22]:

- Type de feuillets 1/1, 2/1 et 2/1/1.
- Charge globale du feuillet.
- Nature des cations interfoliaires [22].

Cette classification se base sur l'épaisseur de l'espace et la structure des feuillets. Suivant ces critères de classification, on distingue trois grandes familles d'argiles :

- Les minéraux phylliteux.
- Les minéraux fibreux.
- Les minéraux interstratifiés [23].

I.2.2.1 Minéraux phylliteux

Cette famille regroupe le plus grand nombre d'espèces argileuses qui sont des silices à structure en feuillets et contient trois principaux types de minéraux argileux, à savoir les minéraux argileux de type T-O ou 1/1, les minéraux argileux de type T-O -T ou 2/1 et les minéraux argileux de type T-O -T-O ou 2/1/1.

I.2.2.1.1 Minéraux de types T-O ou 1/1

Ces minéraux appartiennent à la famille de la kaolinite. Ils sont formés d'une couche tétraédrique, accolée à la couche octaédrique. Ils sont qualifiés de T-O ou de type 1/1 (Figure I.4). La distance interfoliaire de ces argiles est de l'ordre de 7Å. Ce groupe correspond à la kaolinite (dioctaédrique) et à la serpentine (trioctaédrique).

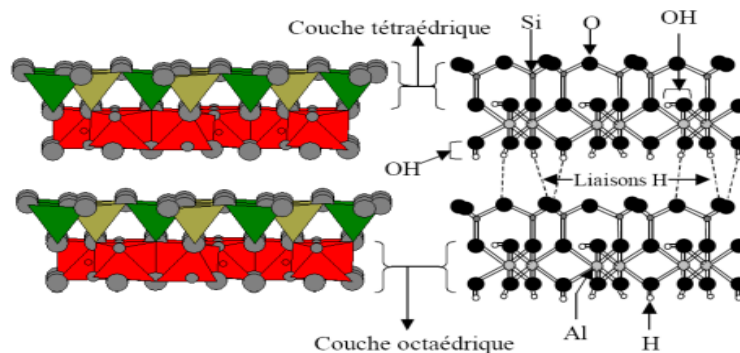


Figure I.4 : structure des minéraux 1:1 (exemple de la kaolinite) [18].

Les liaisons Si-O ont un caractère covalent plus accentué que les liaisons Al-O. Les feuillets sont liés entre eux par des ponts d'hydrogène et des forces d'attraction de Van der Waals. Ce groupe de minéraux combinant un feuillet T et un feuillet O (minéraux T/O ou 1/1) se caractérise par peu de substitutions cationiques. Les phyllosilicates 1/1 sont des minéraux à deux couches T-O, d'espace interfoliaire vide. Cette famille regroupe : la kaolinite, la dickite, la nacrite, etc. Leur feuillet est neutre, car la charge négative de la charpente anionique est entièrement compensée par la charge positive des cations tétraédriques et octaédriques [24]. Morphologiquement, la kaolinite est sous la forme d'un assemblage de plaquettes hexagonales (figure I.5).

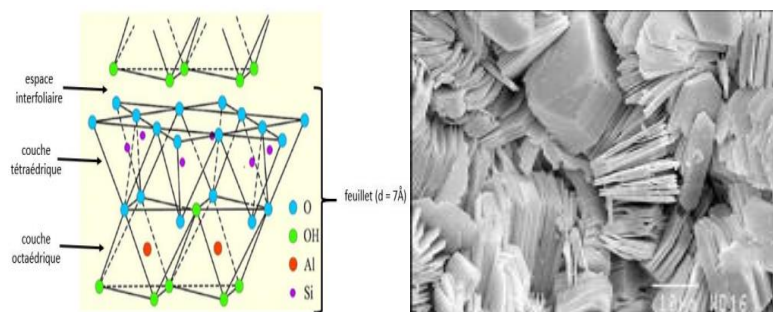


Figure I.5 : représentation schématique de la structure de la kaolinite [11].

I.2.2.1.2 Minéraux de types T-O-T ou 2/1

Ils sont constitués d'une couche octaédrique et de deux couches tétraédriques, dont la seconde couche est renversée par rapport à la première (figure I.6). Ces trois couches sont liées entre elles par des atomes d'oxygène, l'équidistance varie de 9,4 à 15 °C : c'est le groupe des smectites.

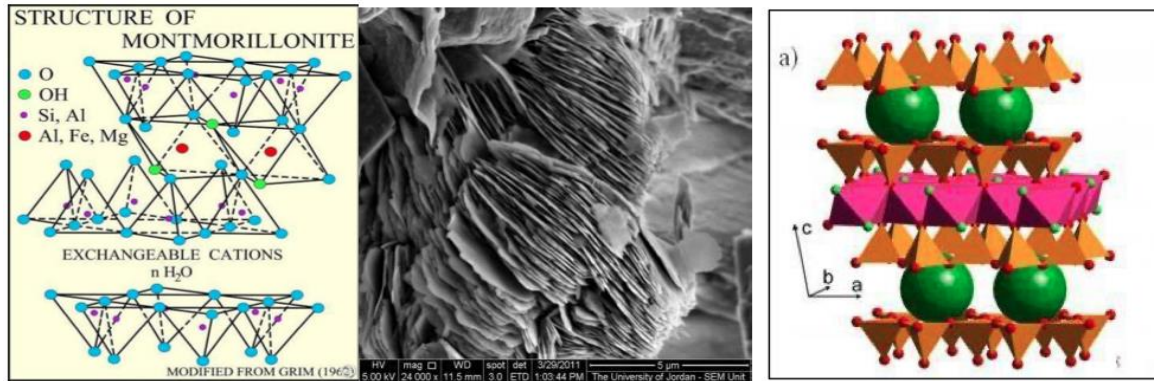


Figure I.6 : représentation dans l'espace d'un feuillet T-O-T de phyllosilicates 2:1 [25].

Des substitutions cationiques sont observables au sein de ces minéraux 2/1 :

- ✓ Dans la couche tétraédrique, les ions Al^{3+} et Fe^{3+} peuvent remplacer l'ion silicium Si^{4+} .
- ✓ Dans la couche octaédrique, les ions Al^{3+} peuvent être remplacés par des ions Fe^{2+} , Mg^{2+} ou Mn^{2+} et l'ion lithium peut aussi remplacer l'ion Fe^{2+} ou le Mg^{2+} . Ces substitutions créent un déficit de charge qui est compensé par les cations comme Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ qui s'intercalent dans l'espace interfoliaire et qui sont susceptibles de prendre des quantités variables d'eau pour hydrater ces cations. Ces phyllosilicates présentent des propriétés de gonflement et ont une capacité d'échange cationique élevée. Des molécules d'eau sont susceptibles de s'intercaler dans l'espace interfoliaire. Le degré d'hydratation dépend de la nature du cation et de l'humidité relative. Les illites font partie de ce groupe et la différence fondamentale avec les smectites réside dans le fait que les ions compensateurs (potassium) ne sont que très faiblement échangeables. Des cations (K^+) sont adsorbés dans l'espace interfoliaire afin de compenser le déséquilibre de charge [26]. Les minéraux les plus fréquents de ce groupe sont les montmorillonites, les smectites, les nontronites, les beidellites, les bentonites, les vermiculites, l'hectorite et la saponite [12].

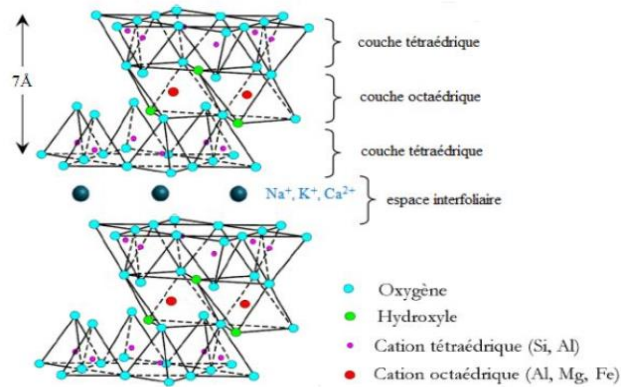


Figure I.7 : représentation schématique de la structure d'une T-O-T ou 2/1 [19].

Illite

Les illites font partie des phyllosilicates 2/1. Le feuillet type d'une illite est constitué de trois couches : une couche octaédrique alumineuse encadrée par deux couches tétraédriques siliceuses (Figure I.8). Ces feuillets possèdent une charge globale négative, plus élevée que celle des smectites, qui est compensée par des ions potassium. L'illite a une capacité d'échange cationique faible comparativement à une smectite.

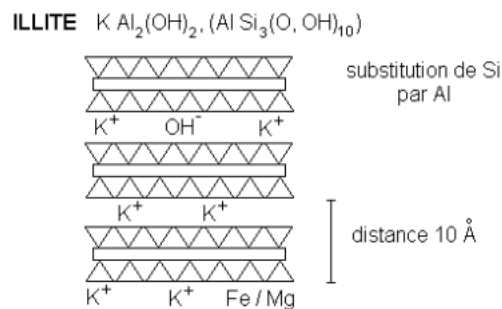


Figure I.8 : structure et les sites d'échange d'une illite [27].

I.2.2.1.3 Minéraux de type T-O-T-O ou 2/1/1

Cette famille est caractéristique des minéraux constitués par des feuillets de type 2/1/1, formés par une superposition des feuillets de type (2/1) et d'une couche octaédrique interfoliaire (figure I.9). Cette couche (octaédrique) neutralise les charges portées par les feuillets T-O-T. La distance interfoliaire est d'environ 14 Å ; à ce type correspond le groupe de la chlorite. Les couches tétraédriques entourent la couche octaédrique et l'interfeuillet est constitué de couches octaédriques.

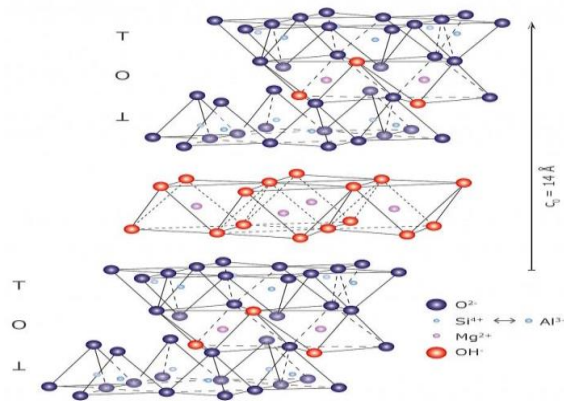


Figure I.9 : minéraux argileux de type 2/1/1 ou 2/1/1 [20].

Les chlorites sont des aluminosilicates de fer ou de magnésium et sont, pour la plupart, de couleur verte. Ces argiles ont une structure et une propriété proche et similaire de celle des micas. Les chlorites résultent de la décomposition du mica noir. Elles sont moins fréquentes que les trois argiles précédentes. leur formule brute $\text{Mg}_5(\text{AlFe})(\text{OH})_8(\text{AlSi})_4\text{O}_{10}$, les chlorites ont un feuillet d'une épaisseur double de celle de la kaolinite, soit $14\text{\AA}$, comprenant un feuillet brucitique. Ce dernier est parfois incomplet, sa liaison est donc assez faible et permet l'introduction de l'eau. L'espace interfoliaire des chlorites est occupé par un feuillet d'hydroxydes chargé positivement. Les liaisons fortes existant entre les hydroxyles assurent aux chlorites une bonne stabilité à haute température [28].

I.2.2.2 Minéraux fibreux : la Palygorskite et la Sépiolite

Classés en deux catégories, les minéraux de ce groupe appartiennent à deux familles, les sépiolites et l'attapulgite selon la largeur des bandes tétraédriques alternées. Les argiles fibreuses sont issues des croûtes calcaires, dans les zones à climat sec, et se caractérisent par une structure en pseudo-feuillets, c'est-à-dire la présence de feuillets discontinus. Ces minéraux présentent des couches tétraédriques de silicium qui ont un oxygène apical périodiquement inversé, formées par une série de rubans et qui se différencient par leur composition chimique :

- La structure cristalline des minéraux de la famille des palygorskites (cas de l'attapulgite) est différente de celle des phyllosilicates de type 1/1, 2/1 et 2/1/1. En effet, leur couche octaédrique est discontinue, car les tétraèdres $[\text{SiO}_4]^{4-}$ qui sont formés en partie par les couches des oxygènes continus périodiquement orientés pointent en haut, puis en bas par groupe de quatre (04). De ce fait, les tétraèdres forment des rubans similaires à ceux des amphiboles (figure I.10a) liés à la couche octaédrique discontinue ayant une structure de base formée par cinq (05) octaèdres [29]. Leur formule générale est $[\text{Si}_8\text{O}_{20}\text{Mg}_5(\text{OH})_2(\text{OH}_2)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$.

- La famille des sépiolites (figure I.10b), constituée des rubans à huit (8) octaèdres et diffère des palygorskites non seulement par la longueur des rubans, mais aussi par le nombre de molécules présentes dans les canaux. Leur formule générale est $[\text{Si}_{12}\text{O}_{30}\text{Mg}_8(\text{OH})_4(\text{OH}_2)_48\text{H}_2\text{O}]$ [11].

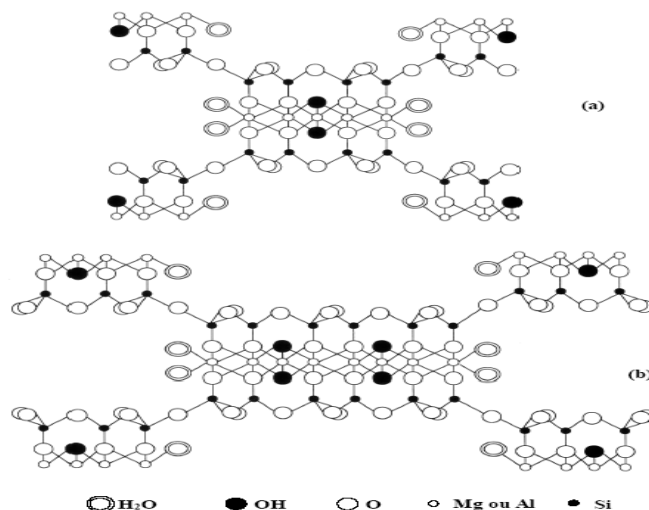


Figure I.10 : structure des minéraux fibreux : (a) palygorskite ; (b) sépiolite [18].

Le tableau I.1 ci-dessous représente la classification des minéraux argileux selon le type de feuillet.

Tableau I.1: classification des principaux groupes de minéraux argileux ainsi que de leurs espèces : T = couche de tétraèdres ; O = couche d'octaèdres.

Groupe	Espèces	Structure
kaolinite	Dickite, nacrite Kaolinite	Minéraux à 2 couches : T-O T-O
smectites	Montmorillonite Saponite Beidellite Nontronite	Minéraux à 3 couches : T-O-TT-O-T
Illite Vermiculite Micas	Illite Vermiculite Muscovite Biotite	T-O-T (H_2O , cations) T-O-T
chlorite	chlorite	Minéraux à 4 couches : T-O-T-O T-O-T-O
Sépiolites Palygorskites	Sépiolite Attapulgite	Minéraux en lattes : T-O-T T-O-T T-O-T

I.2.2.3 Minéraux interstratifiés

Le groupe des minéraux interstratifiés résulte de l'assemblage de deux ou plusieurs types de feuillets d'argile. L'interstratification la plus commune se compose de feuillets d'illites et de smectites avec des capacités de gonflement et une CEC qui dépendent évidemment de la quantité relative de feuillets de smectite dans le mélange [30]. Parmi les interstratifiés les plus fréquents, on peut citer : illite-smectite, entre argiles T-O-T, et interstratifiés entre argiles T-O-T et argiles T-O, tels que

smectite-kaolinite. Ces interstratifiés peuvent présenter tous les degrés d'ordre entre distribution parfaitement régulière et distribution totalement aléatoire des différents types de feuillets [31].

- Un minéral interstratifié ségrégué : c'est une particule présentant des empilements AAABBB (figure I.11a).
- Un minéral interstratifié régulier : c'est un minéral formé de séquences régulières de feuillets élémentaires différents. Dans ce cas, l'empilement des différents types de feuillet se répète régulièrement : exemple : A-B-A-B-A-B (figure I.11b).
- Un minéral interstratifié irrégulier : c'est le cas où l'empilement des différents types de feuillets est aléatoire, c'est-à-dire si aucune séquence répétitive ne se dessine (figure I.11c) [32].

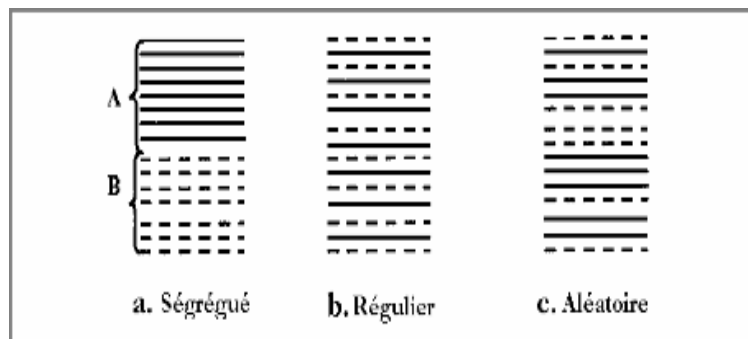


Figure I.11 : différents modes de succession des feuillets au sein d'une unité interstratifiée [28].

I. 3 Propriétés

Les minéraux argileux se caractérisent par plusieurs propriétés parmi lesquelles on peut citer: capacité d'échanges cationiques, charge des surfaces argileuses, densité de charge spécifique, l'indice de plasticité, pouvoir absorbant et adsorbant, la surface spécifique et la réactivité.

I.3.1 Capacité d'échanges cationiques (CEC)

Elle mesure la capacité d'une argile à échanger des cations et varie dans le même sens que la densité de charge surfacique. Donc, les argiles ayant une CEC élevée ont tendance à peu gonfler. La capacité d'échange de cation est définie comme étant le nombre de charges échangeables par 100g d'argile donnée. Elle s'exprime en milléquivalent par 100 g d'argile. Cette propriété dépend de la nature de l'argile, de ses caractéristiques cristallographiques, de ses cations et du pH du milieu [33]. La capacité d'échange cationique d'une argile est le résultat des substitutions des atomes d'aluminium de la couche octaédrique par des atomes de Mg^{2+} et Fe^{3+} et de la substitution de Si^{4+} par Al^{3+} au niveau de la couche tétraédrique, entraînant un déficit en charge du feuillet qui est compensé par la présence des cations compensateurs [34].

On caractérise alors chaque phyllosilicate par sa capacité d'échange cationique, définie comme étant le nombre de cations monovalents qu'il est possible de substituer aux cations compensateurs pour compenser la charge électrique de 100 g de minéral calciné.

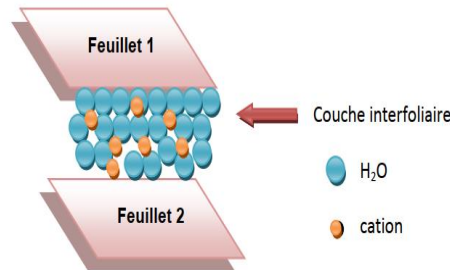


Figure I.12 : représentation schématique de la couche interfoliaire dans le cas de cations interfoliaires hydratés [30].

I.3.2 Charge des surfaces argileuses

Les minéraux argileux se caractérisent par une surface électrique non neutre. Nous avons deux types de charge dans les milieux argileux :

- Encore appelées charges structurales, les charges permanentes sont liées aux substitutions ioniques Al^{3+} pour Si^{4+} dans la couche tétraédrique et Mg^{2+} ou Fe^{2+} par Al^{3+} dans la couche octaédrique ;
- Les charges variables qui varient selon le pH du milieu lié aux réactions chimiques qui se produisent à la surface des minéraux argileux [35]. La charge de surface est liée à l'hydrolyse de liens rompus Si-O et Al-OH le long des surfaces (en bordure de feuillet). À faible pH (milieu acide), l'argile se caractérise par une capacité d'échange anionique : H^+ se lie davantage par rapport à OH^- , une charge positive se développe. À pH élevé (milieu basique), une capacité d'échange cationique (CEC) se développe : les ions OH^- se lient davantage que H^+ et une charge négative se développe. Il n'existe pas de capacité d'échange à l'équilibre.

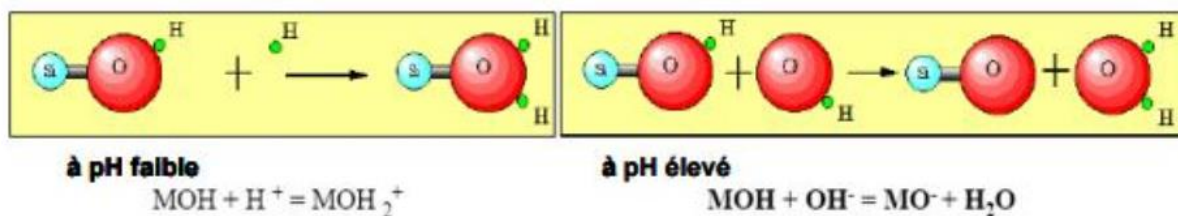


Figure I.13 : l'influence de pH du milieu sur la capacité d'échange des minéraux argileux [31].

I.3.3 Densité de charge spécifique

La densité de charge spécifique δ est égale au rapport entre la capacité d'échange cationique (CEC) et la surface spécifique (S_s) de la particule argileuse en meq/m² :

$$\delta = \frac{CEC}{S_s} \quad \text{I.2}$$

La densité de charge spécifique renseigne sur le pouvoir de la particule à repousser les autres, cette répulsion étant la capacité de gonflement des minéraux argileux. L'augmentation de la densité de charge spécifique réduit le gonflement ou la pression de gonflement des matériaux argileux. Cette augmentation entraîne l'attraction des ions, ce qui va provoquer une condensation de la double couche, donc une diminution de son épaisseur [36].

I.3.4 Indice de plasticité

Parmi les mesures classiques pour caractériser les argiles du point de vue des propriétés mécaniques, il est d'usage d'évaluer les limites d'Atterberg [37]. L'indice de plasticité (IP) est la différence entre la limite de liquidité et la limite de plasticité. En d'autres termes, l'indice de plasticité définit l'intervalle de la teneur en eau dans lequel l'argile reste souple et facilement déformable tout en conservant une résistance au cisaillement. Cet indice est à la fois un paramètre d'identification et de comportement. L'indice de plasticité d'une argile dépend de la nature et de la quantité des minéraux argileux qu'elle contient.

Suivant la valeur de leur indice de plasticité, les sols argileux peuvent être classés comme l'indique le tableau I.2 :

Tableau I.2 : classification des sols argileux selon l'indice de plasticité.

Indice de plasticité (%)	Degré de plasticité
$0 < I_p < 5$	Non plastique
$5 < I_p < 10$	Faiblement plastique
$10 < I_p < 20$	Moyennement plastique
$20 < I_p < 40$	Plastique
$I_p > 40$	Très plastique

I.3.5 Pouvoir absorbant et adsorbant

Les argiles à structure fibreuse (c'est-à-dire les attapulgites) développent de remarquables propriétés d'absorption et d'adsorption vis-à-vis de l'eau, ainsi que vis-à-vis d'un certain nombre de substances liquides ou gazeuses. L'attapulgite, dont l'importance de sa surface spécifique qui peut atteindre 100 à 400 m²/g, se caractérise par une grande capacité d'absorption : elle peut

absorber jusqu'à 110 % de son poids en eau, ce qui justifie son utilisation en tant que litières pour les animaux domestiques, supports dans les produits phytosanitaires et agents actifs des pansements gastriques en pharmacie

I.3.6 Surface spécifique

Les argiles possèdent une grande surface spécifique qui dépend de la nature du minéral argileux, malgré leurs tailles fines. La surface spécifique augmente avec la diminution du diamètre.

La surface totale des argiles comprend une surface externe facilement accessible et une surface interne qui correspond à celle de l'espace interfoliaire durant son expansion. Les minéraux de la famille des smectites ont une surface spécifique très importante comparée à celle des autres familles d'argiles (kaolinites, chlorites et vermiculites) due à leurs propriétés de gonflement [35]. La surface (des smectites) peut atteindre 800 m²/g si les particules sont complètement hydratées [38].

On distingue trois (3) formes des surfaces des argiles : en flacon, en lattes et en aiguilles, et est déterminée selon la relation suivante.

$$S_s = \frac{A}{m} \qquad \text{I.3}$$

A: aire massique (en m²) ; m : la masse (en g)

Le tableau I.3 indique les valeurs caractéristiques des surfaces des grandes familles argileuses. La surface totale comprend la surface externe, comprise entre les particules argileuses, et la surface interne, correspondant à l'espace interfoliaire.

Tableau I.3 : valeurs de la surface spécifique de quelques minéraux argileux [39]

minéral	Surface interne (m²/g)	Surface externe (m²/g)	Surface totale (m²/g)
kaolinite	0	10-30	10-30
illite	20-55	80-120	100-175
smectites	600-700	80	700-800
vermiculites	700	40-70	760
chlorite	-	100-175	100-175

I.3.7 Réactivité

La réactivité des argiles correspond aux réactions de protonation-déprotonation, précipitation-dissolution. En effet, plus la valeur de pH et la température sont élevées, plus la dissolution est favorisée. La nature du minéral argileux conditionne également la dissolution [40]. La fixation ou la libération de cations organiques et inorganiques. Ces réactions peuvent être associées ou non à

des réactions d'oxydation. La réactivité des argiles dépend donc du pH et de la composition chimique de la solution, ainsi que de la stabilité des espèces chimiques de surface qui se forment durant les réactions [41]. Les oxygènes des cavités siloxanes forment le premier site de surface. La charge structurale des feuillets est délocalisée sur ces oxygènes. Cette charge est dite permanente, car elle ne dépend pas du pH et de la concentration en électrolytes (ou force ionique). Mais elle peut varier avec le potentiel redox de la solution, suite à des réactions d'oxydoréduction impliquant des cations structuraux, notamment le couple $\text{Fe}^{3+} / \text{Fe}^{2+}$. Du fait de cette charge, les sites interfoliaires sont susceptibles d'attirer et de retenir des cations de la solution. Les oxygènes insaturés situés au bord des feuillets forment le deuxième site de surface. La charge de ces oxygènes est compensée par des interactions différentes : soit avec les molécules du solvant, soit avec les cations ou anions présents en solution. Avec l'eau, ils forment des ions hydroxyles (OH^-) dont la dissociation varie avec les conditions de pH de la solution environnante. Les réactions ayant lieu sur les sites de bordure des feuillets dépendent fortement du pH et de la composition chimique de la solution [11].

La figure I.14 représente adsorption à l'équilibre et échange ionique des ions

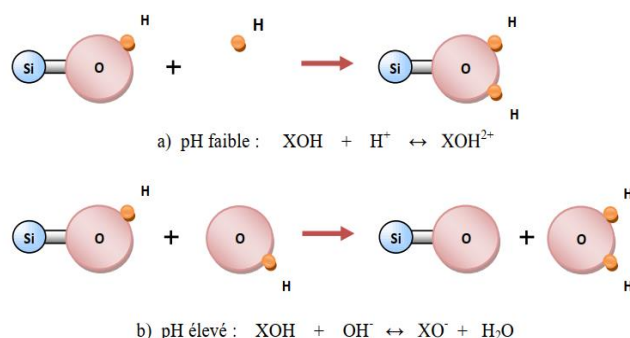


Figure I.14 : adsorption à l'équilibre et échange ionique [30].

I. 4 Domaines d'application

Les argiles possèdent plusieurs domaines d'application parmi lesquels on peut citer : l'industrie pharmaceutique et médicale, l'industrie chimique, en agriculture, et l'industrie céramique.

I.4.1 Industrie pharmaceutique et médicale

Les argiles peuvent être employées dans l'industrie pharmaceutique et médicale. Elles constituent la base des pansements stomacaux et intestinaux. Grâce à leurs propriétés absorbantes, les argiles permettent la fabrication de médicaments à effets retardés. Les smectites, en particulier, sont utilisées dans la fabrication des cosmétiques : savons et shampoings, pommades, crèmes dentifrice, où elles remplacent les matières grasses [35]. Les smectites, un groupe d'argiles gonflantes, ont une capacité d'adsorption poussée et sont employées comme filtre des vins, des bières, pour clarifier les eaux

souillées. Dans le même secteur, le kaolin est employé comme diluant et complément dans des médicaments et cataplasmes, comme par exemple en mélange avec de la morphine. Les propriétés absorbantes du kaolin peuvent réduire le taux auquel un médicament est libéré dans le corps et même la quantité réelle absorbée par le corps[33].

I.4.2 Industrie chimique

L'énumération des industries chimiques qui utilisent les argiles est longue : les argiles sont utilisées, comme dépolluants des eaux industrielles usées et comme pièges à polluants, et elles jouent un grand rôle dans la protection de l'environnement. Les argiles activées à l'acide sulfurique dans l'industrie agroalimentaire sont utilisées pour clarifier certaines boissons (eaux, huiles, vins, bières...). Les argiles, dans l'industrie de la fonderie, servent de liant dans les sables de fonderie. Le minéral argileux est un matériau de haute technologie. Lorsqu'elle est en interaction avec d'autres composés tels les calcaires, l'argile donne, après cuisson, le clinker qui, à son tour, après broyage avec du sulfate de magnésium, donne le ciment. L'argile est donc économiquement et environnementalement attractive. Des argiles, comme les smectites (bentonite) et les attapulgites, servent à épaissir un grand nombre de liquides : eau douce, eau salée, solvants aliphatiques, huiles végétales, glycols. Elles sont utilisées pour la filtration et pour le raffinage des huiles alimentaires d'origine végétale et animale [42].

I.4.3 Agriculture

Les propriétés adsorbantes des argiles jouent un rôle important dans l'agriculture (adsorption et échanges d'ions minéraux). Les argiles favorisent donc la fertilité des sols, la rétention de polluants (pesticides par exemple), la formation de barrières géochimiques pour le stockage des déchets. Elles servent ainsi de véritable interface entre les sources de pollution industrielle et/ou agricole et le sous-sol. Les argiles servent aussi à diluer les pesticides utilisés en agriculture lors de leur épandage, sans que celui-ci soit décomposé par l'argile pendant son application [16].

I.4.4 Industrie du pétrole

L'argile est un matériau important dans l'industrie pétrolière grâce à ses propriétés rhéologiques. Les argiles sont utilisées comme boues de forage, mais aussi comme support de catalyseurs dans le raffinage du pétrole.

Les matériaux argileux sont également des traceurs pétro-géochimiques : produits d'altération hydrothermale, indicateurs de diagenèse, propriétés chimiques d'adsorption, etc [16].

I.4.5 Industrie céramique

Les industries céramiques du bâtiment utilisent des argiles comme la kaolinite. Les carreaux de grès cérame, par exemple, sont soumis à des conditions d'utilisation particulières ; on recherche alors une résistance mécanique élevée et une bonne régularité des produits. Les produits céramiques silicatés

tels que les tuiles, les carreaux, les porcelaines, les faïences, les grès à usage domestique et certains réfractaires sont essentiellement composés de matières premières argileuses. Utilisées comme source de silice et d'alumine, les argiles forment les minéraux de base de l'industrie des matériaux de construction, des réfractaires, des isolants.

Chapitre II: Matériels et Méthodes de caractérisation

Dans ce chapitre, nous présenterons succinctement les différentes techniques d'analyse physico-chimique que nous avons utilisées pour caractériser les argiles ArgB1 et ArgB2 de Boké au cours de notre travail.

II. 1 Présentation du site de prélèvement

Les matières premières dénommées ArgB1 et ArgB2 qui font l'objet de cette étude proviennent de la Guinée-Conakry située dans la partie occidentale du continent Africain. Elle est limitée au nord par le Sénégal et le Mali, au nord-ouest par la Guinée-Bissau, à l'ouest par l'océan Atlantique et la Guinée-Bissau, au sud par la Sierra Leone et le Libéria et à l'est par la Côte d'Ivoire. La Guinée-Conakry compte 4 régions naturelles qui sont : la Basse Guinée, la Moyenne Guinée, la Haute Guinée et la Guinée Forestière. La superficie de la Guinée est de 245 857 km². Les argiles étudiées proviennent de la région de Boké, plus précisément des sites argileux du plateau et du monument de la localité de Sangarédi. Ces sites se situent aux coordonnées géographiques: 11°05'42.3'' et 11°05'41.7'' de latitude ; -13°46'42.9'' et -13°42'44.7'' de longitude, pour le plateau. 11°05'46.3'' et 11°06'11.0'' en latitude ; -13°46'20.5'' et -13°46'30.8'' en longitude, pour le monument. La région fait une superficie de 31207 km², sa population était estimée à 1366583 habitants en 2022 [43]. La région de Boké est localisée au nord-ouest de la Guinée, appelée Guinée maritime, et est limitée à l'ouest par la Guinée-Bissau et l'océan Atlantique, à l'est par la région administrative de Labé, au sud par la région administrative de Kindia et au nord par le Sénégal. Son sous-sol est riche en gisements de bauxite dont l'exploitation a donné naissance à de grandes sociétés industrielles telles que FRIGUIA, la Compagnie des bauxites de Guinée (CBG) et la Société des bauxites de Kindia (SBK). Le climat de la région est influencé par la mousson, un alizé maritime qui apporte une abondante précipitation sur la côte. Du point de vue géo-écologique, la Guinée est subdivisée en quatre régions naturelles assez bien distinctes et intérieurement homogènes. Le soubassement géologique de la Guinée est constitué d'un socle précambrien formé de roches cristallines (granites) recouvertes d'une couche sédimentaire (Basse et Moyenne Guinée), et de roches éruptives et métamorphiques (gneiss, schistes) en Haute Guinée et Guinée Forestière [44]. La figure II.1 et la figure II.2 représentent respectivement les sites de prélèvement des deux argiles et la carte de la région de Boké.

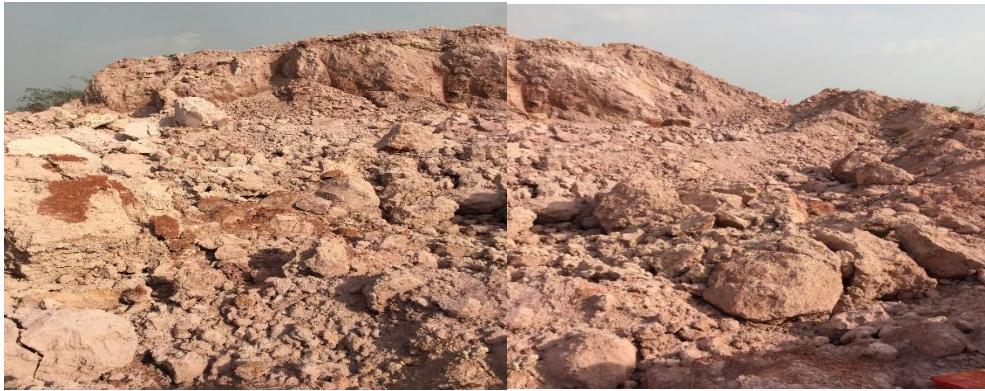


Figure II.1: sites de prélèvement

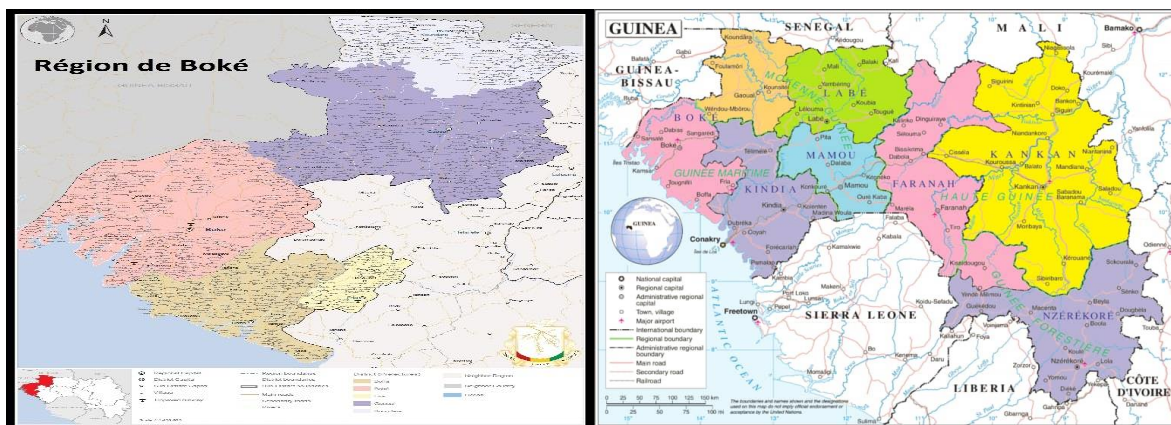


Figure II.2 : carte de la région de Boké.

II.2 Echantillonnage

L'extraction d'argile s'est faite à ciel ouvert. Deux échantillons ont été prélevés dans chaque site et mélangés pour donner les échantillons d'étude notés ArgB1 et ArgB2.

L'échantillonnage est une étape essentielle dans le processus de caractérisation d'un gisement. Son objectif est de prélever une partie d'un ensemble ou d'un ensemble de minerais pour déterminer avec la plus grande précision possible toutes les caractéristiques physiques et chimiques de l'ensemble du site étudié. Dans le cadre de l'échantillonnage de nos matériaux argileux, les techniques et les conditions suivantes ont été respectées : emplacement, méthode de prélèvement, profondeur, quantité, conditionnement et étiquetage :

- Emplacement : les échantillons ont été prélevés dans des zones représentatives de la source d'argile envisagée pour la production de céramique. Il est important de choisir des sites qui reflètent fidèlement les caractéristiques géologiques et minéralogiques de l'argile.
- Méthode de prélèvement : les échantillons sont prélevés à l'aide d'une pelle.
- Profondeur : les échantillons ont été prélevés à des surfaces et à des endroits différents, pour tenir compte des variations possibles des caractéristiques de l'argile en fonction de la

profondeur du sol. Pour le monument, les argiles ont été prélevées à 10 cm de profondeur et pour le plateau, à 15 cm de profondeur. Des échantillons prélevés à différentes profondeurs peuvent fournir des informations utiles sur la composition et les propriétés de l'argile dans différentes couches du sol.

- Quantité : deux (2) sachets de 1,5 kg ont été prélevés dans chaque endroit pour permettre une analyse approfondie des propriétés de l'argile. La quantité exacte à prélever dépend de la portée de l'analyse et des tests requis pour évaluer la qualité de l'argile.
- Conditionnement : une fois prélevée ces argiles sont mises dans des sacs en plastique scellés pour éviter toute perte d'humidité ou contamination possible et pour préserver leurs caractéristiques physiques et chimiques.
- Étiquetage : après conditionnement, chaque échantillon est clairement étiqueté avec les informations telles que la date, le lieu de prélèvement, la profondeur, et les coordonnées géographiques pour faciliter l'identification et le suivi ultérieur.

II.3 Techniques de Caractérisations

Plusieurs techniques ont été utilisées dans ce travail pour déterminer les propriétés physicochimiques des argiles, à savoir : des limites d'Atterberg, la diffraction des rayons X (DRX) pour déterminer la minéralogie des argiles, la spectrométrie de fluorescence X (RX) pour estimer leur composition chimique, la microscopie électronique et la spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS). La spectroscopie infrarouge (IR) pour détecter les groupements structuraux présents et les analyses thermiques (ATG/ATD) pour étudier la stabilité thermique des matériaux.

II. 3.1 Caractérisations géotechniques

Du point de vue du géotechnicien, les argiles désignent la fraction des particules du sol dont la taille est inférieure à $0,002\ \mu\text{m}$ ($= 2\mu\text{m}$). Les argiles constituent la fraction la plus fine des sols. La pratique utilise très souvent le terme générique de « fines ». Il s'agit alors des argiles telles qu'elles sont définies plus haut et des limons. Les normes européennes définissent les fines comme le pourcentage (massique) des passants au tamis de $0,063\ \text{mm}$.

Pour bien comprendre la classification des sols, il est essentiel de maîtriser la terminologie de base des matériaux qui les composent. Les sols sont généralement catégorisés en quatre grandes classes selon la taille de leurs particules:

Argile : particules de diamètre inférieur à $0,002\ \mu\text{m}$. Les argiles sont connues pour leur plasticité et leur capacité à retenir l'eau.

Limon : particules de diamètre compris entre $0,002\ \mu\text{m}$ et $0,063\ \text{mm}$. Les limons ont une texture douce et farineuse lorsqu'ils sont secs.

Sable : particules de diamètre compris entre 0,063 mm et 2 mm. Les sables sont granuleux au toucher et ne présentent pas de cohésion à l'état sec.

Gravier : particules de diamètre supérieur à 2 mm. Les graviers sont visibles à l'œil nu et jouent un rôle important dans la résistance mécanique des sols.

Il est important de noter la distinction entre les différents types de matériaux en géotechnique routière :

Sols : constitués de grains plus ou moins gros facilement dissociables, comprenant moins de 3% de matière organique.

Matériaux rocheux : matériaux naturels compacts nécessitant des moyens puissants (explosifs, engins puissants) pour leur dégagement.

Sols organiques : comprennent plus de 3% de matière organique.

Sous-produits industriels : produits de l'activité humaine (cendres volantes, matériaux de démolition, laitiers de haut-fourneaux, etc.).

La figure II.3 résume la classification des particules des sols.

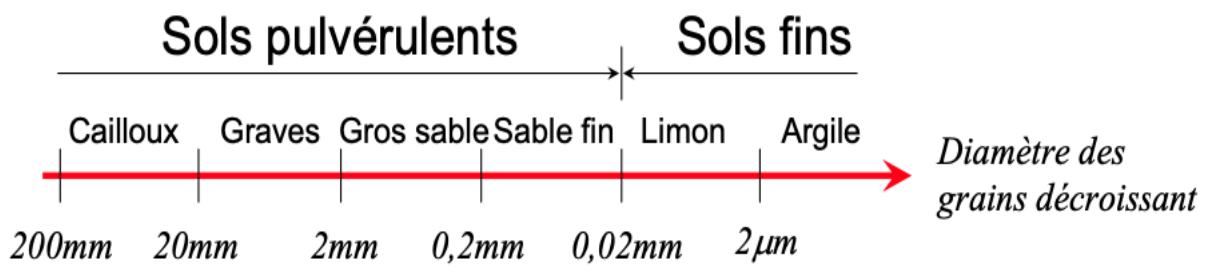


Figure II.3 : classification des particules d'un sol [45].

II.3.1.1 Limites d'Atterberg

La consistance d'un sol argileux peut varier dans de larges limites suivant la quantité d'eau qu'elle peut emmagasiner et la nature minéralogique du sol. Par convention, Albert Atterberg (pédologue suédois) a défini les trois états suivants : l'état solide, l'état plastique, l'état liquide. Ces limites sont des constantes physiques conventionnelles qui marquent les seuils entre ces différents états. Elles définissent ainsi la teneur en eau du sol à l'état de transition considéré et sont exprimées en pourcentage. Elles sont mesurées sur le mortier, c'est-à-dire sur la fraction du matériau qui passe au tamis de 0,42 mm [46].

- Le passage d'une argile de l'état « liquide » à l'état « plastique » (limite de Liquidité notée : LL) ;

- Le passage d'une argile de l'état « plastique » à l'état « solide » (limite de plasticité notée : LP).

La figure II.4 présente les domaines des états entrant dans les mesures des limites d'Atterberg.

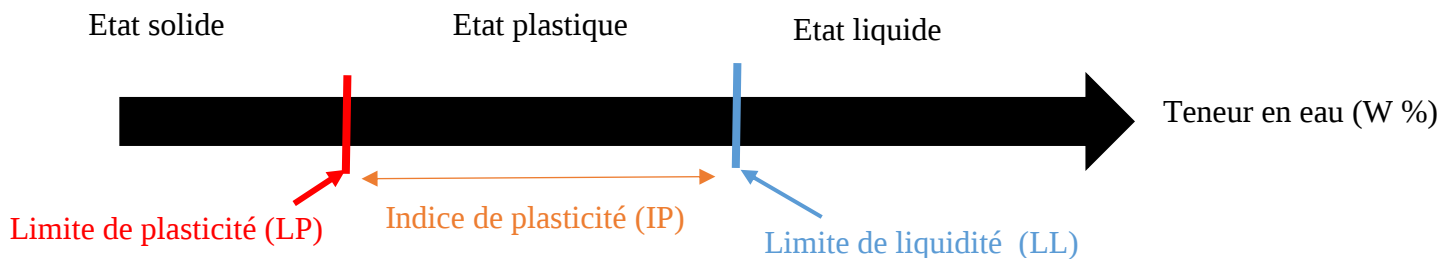


Figure II.4 : Domaine des limites d'Atterberg [9]

Par ailleurs, l'indice de plasticité (IP) détermine la zone de plasticité d'un échantillon argileux. Dans le domaine de la céramique, la plasticité est une des propriétés recherchées, car elle facilite la fabrication (surtout le façonnage) des produits céramiques dont elle assure la cohésion en crue. La détermination des limites d'Atterberg a été réalisée selon la norme ISO 179872-1.

II.3.1.1.1 Limite de liquidité : LL

La limite de liquidité (LL) permet de déterminer la teneur en eau d'un matériau à son passage de l'état liquide à l'état plastique. La limite de liquidité « LL » sépare l'état plastique de l'état liquide. Deux méthodes sont utilisées pour déterminer la limite de liquidité : celle de Casagrande et celle du cône de pénétration, et dans notre cas, nous avons utilisé la méthode du cône de pénétration.

Méthode du cône de pénétration (norme ISO 179872-1)

Principe

La méthode du cône de pénétration détermine expérimentalement la relation entre la teneur en eau du sol remanié et la pénétration d'un cône normalisé (angle au sommet de 30°, masse de 80g), tombé en chute libre sous son propre poids, pendant 5 secondes. Le cône de pénétration est constitué d'un socle avec son dispositif de réglage de l'horizontalité, d'une tige verticale sur laquelle coulisse une pince de blocage, d'un dispositif de mesure de déplacement du cône de sorte que la pointe du cône soit simplement en contact avec la surface de l'éprouvette et d'un récipient cylindrique rigide d'un diamètre de 50 mm ayant une profondeur de 25 mm. Une horloge permet une lecture du temps.

La figure II.5 représente l'appareil du cône de pénétration pour la détermination de la limite de liquidité.

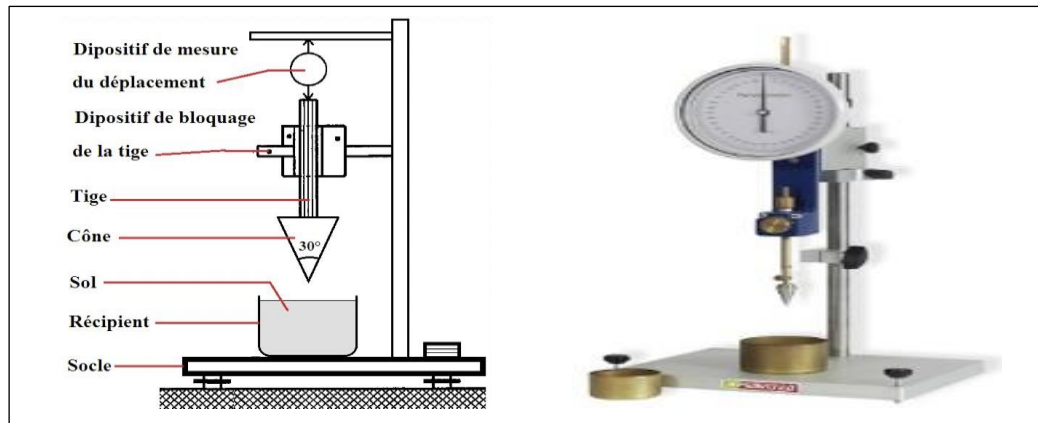


Figure II.5 : appareil de cône de pénétration pour la détermination de WL [40].

Mode opératoire

À l'aide d'une spatule, une quantité de pâte remaniée est placée dans un récipient sec et propre. Le cône est bloqué en position haute, puis le support du cône est baissé jusqu'à ce que la pointe du cône soit en contact avec la surface de l'éprouvette. L'appareil de mesure est remis à zéro. Le cône est relâché et laissé pénétrer pendant 5 secondes à une profondeur de 0,1 mm.

La profondeur de pénétration du cône est calculée par différence entre la position initiale et la position finale de la tige du cône. Le seuil de liquidité est de 20 mm de profondeur de pénétration, ce qui correspond à un intervalle de pénétration de 15 à 25 mm (figure II.6).

On porte en ordonnée les teneurs en eau (%) et en abscisse les pénétrations correspondantes du cône (mm), les deux échelles étant linéaires. La droite la plus représentative est tracée à partir des points expérimentaux. Par définition, la limite de liquidité est la teneur en eau du sol qui correspond à une profondeur de pénétration du cône de 17 mm.

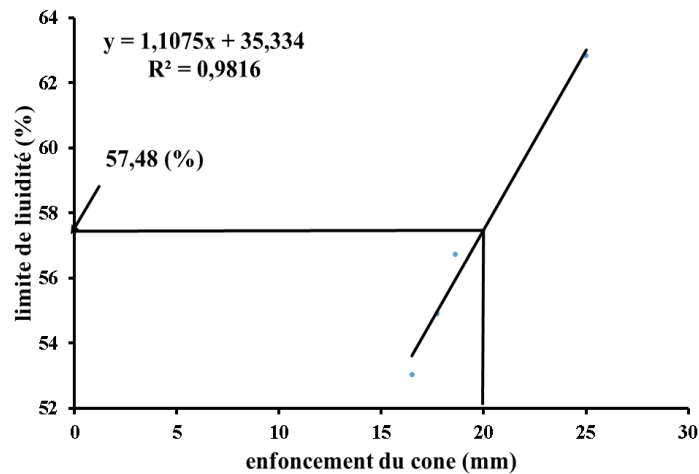


Figure II.6 : Courbe représentative de la relation entre la teneur en eau et l'enfoncement du cône.

II.3.1.1.2 Limite de plasticité : LP

Principe

La limite de plasticité (LP) permet de déterminer la teneur en eau d'un matériau à son passage de l'état solide à l'état plastique [9]. La limite de plasticité « LP » sépare l'état plastique de l'état solide. Cette limite a été déterminée par un essai manuel. On confectionne à partir de l'argile ArgB1 des baguettes de 3 mm de diamètre et de 10 à 15 cm de longueur. La limite de plasticité a été assimilée à la teneur en eau des morceaux de baguette.

Mode opératoire

La limite de plasticité (LP) représente la teneur en eau d'un sol au point de transition entre l'état plastique et l'état solide (Figure II.7). Elle a été déterminée avec la pâte ayant subi des chocs sur la coupelle lors de la détermination de la limite de liquidité. Des boulettes de cette pâte ont été amincies en les roulant entre une paume de main et un marbre jusqu'à l'obtention d'un fuseau segmenté en tronçons de 1 à 2 cm de long. Les tronçons obtenus sont alors pesés pour déterminer leurs masses humides (ph), puis ils sont séchés à 105°C pendant 24 heures et pesés pour déterminer leurs masses sèches (ps).

La figure II.7 représente la mesure de la détermination de la limite de plasticité.



Figure II.7 : Mesure de la limite de plasticité des argiles.

La limite de plasticité du matériau est obtenue selon l'équation II.1 suivante.

$$LP = \frac{P_h - P_s}{P_s} * 100 \quad \text{II.1}$$

Avec p_h et p_s les masses humides et sèche de l'échantillon exprimées en gramme (g), LP la limite de plasticité exprimée en pourcentage (%).

II.3.1.1.3 Indice de plasticité : IP

L'indice de plasticité (IP) est l'étendue du domaine où un sol est à l'état plastique et contient une quantité d'eau suffisante pour ne pas passer à l'état solide et/ou ne pas passer à l'état liquide. L'indice de plasticité correspond ainsi à la différence entre limite de liquidité et celle de plasticité (équation II.2).

$$IP = LL - LP \quad \text{II.2}$$

Avec LL la limite de liquidité et LP la limite de plasticité, exprimées en pourcentage (%),

IP : l'indice de plasticité exprimé en pourcentage (%).

L'indice de plasticité permet d'apprécier le degré de plasticité d'un sol.

II. 4.1.1.4. Diagramme de plasticité – abaque de Casagrande

Le diagramme de plasticité est divisé en deux zones par la ligne A. Selon la plasticité des sols, la majorité des argiles inorganiques sont représentées par des points situés dans la zone au-dessus de la ligne A (sans dépasser une limite supérieure identifiée par la ligne U).

Tous les silts (limons) inorganiques et les sols contenant de la matière organique sont associés à des

points situés sous la ligne A. La surface hachurée est une zone frontière qui contient des points correspondants soit à des argiles limoneuses, soit à des limons (silts) argileux (figure II.8).

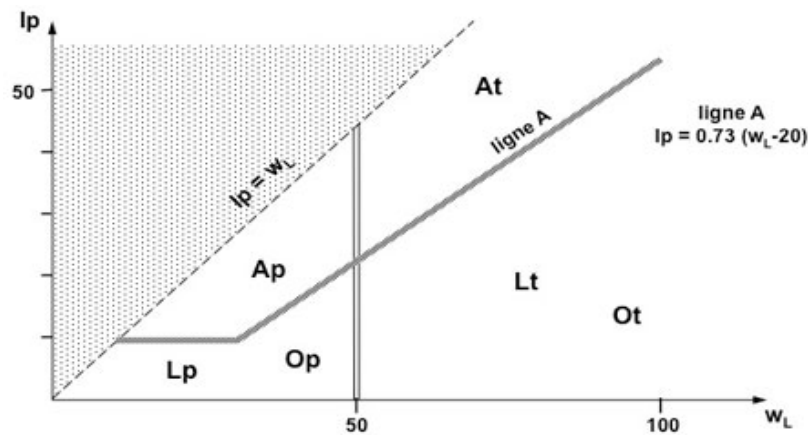


Figure II.8 : Digramme de plasticité– abaque de Casagrande.

Ceci aboutit à quatre classes de sols :

- Lp limon peu plastique ;
- Lt limon très plastique ;
- Ap argile peu plastique ;
- At argile très plastique ;
- Op sols organiques peu plastique ;
- Ot sols organiques très plastique.

II. 4 Teneur en eau (TH)

Le taux d'humidité est défini comme étant la teneur en eau que contient une substance et qui ne figure pas dans la formule. La mesure du taux d'humidité consiste à déterminer la masse d'eau éliminée au cours du séchage d'un matériau humide jusqu'à l'obtention d'une masse constante à une température de 105 ± 5 °C.

Mode opératoire

Une première pesée de l'échantillon à l'état initial donne la masse m_1 de l'échantillon humide et une deuxième pesée, après passage à l'étuve à 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse m_2 constante (évaporation de l'eau libre et de l'eau capillaire), donne la masse sèche de l'échantillon. On obtient alors la valeur de la teneur en eau W en pourcentage selon l'équation II.3:

$$W(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \times 100 \quad \text{II.3}$$

m_1 : la masse initiale d'échantillon séché à 40°C ;

m_2 : la masse finale, après séchage à 105 °C pendant 24 heures et refroidissement.

II. 5 Perte au feu

Les minéraux argileux subissent des pertes de masses successives dues aux modifications structurales causées par une élévation de température. Ces pertes s'expliquent par la déshydroxylation et/ou la déshydratation des minéraux argileux, des oxyhydroxydes/oxydes de fer et d'aluminium plus ou moins hydratés.

Elles s'expliquent aussi par la décomposition des carbonates et des matières organiques. La perte en masse, exprimée en pourcentage, est calculée par rapport à la différence de masse obtenue sur un échantillon après calcination à 1050 °C rapportée à sa masse initiale[46,47].

Dans notre cas, la perte au feu a été déterminée par la mise d'une quantité d'argile P_1 (échantillon préalablement séché à 105 °C jusqu'à une masse constante) dans un creuset en alumine préalablement pesé. Le creuset d'alumine contenant l'argile est introduit dans un four électrique au sein duquel on impose une augmentation progressive (rampe de 5°C/min) de la température jusqu'à 1050 °C avec suivi du refroidissement jusqu'à 30°C. L'ensemble creuset + argile est ensuite mis dans un dessiccateur puis pesé afin d'en déduire la masse P_2 de l'échantillon après calcination. La valeur de la perte au feu (PF) est donnée par la relation II.4.

$$\text{PF (\%)} = \frac{P_1 - P_2}{P_1} \times 100 \quad \text{II.4}$$

P_1 : poids de l'échantillon séché à 105°C jusqu'à une masse constante

P_2 : poids de l'échantillon après calcination à 1050 °C.

II. 3.2 Caractérisation minéralogique

II.3.2.1 Analyse chimique

Principe d'analyse

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire globale permettant d'identifier et de déterminer la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon. Cette technique peut être utilisée pour des matériaux très variés : minéraux, céramiques, ciments, métaux, huiles, eau, verres... sous forme solide ou liquide. Elle permet l'analyse de tous les éléments chimiques.

Condition d'analyse

L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons X, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité.

L'état excité est instable, les atomes tendent alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, sous forme de photons X notamment. Chaque atome, ayant une configuration électronique propre, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde propres. C'est le phénomène de fluorescence X, qui est une émission secondaire de rayons X caractéristiques des atomes qui constituent l'échantillon.

L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet à la fois de connaître la nature des éléments chimiques présents dans un échantillon ainsi que leur concentration massique [49].

Dans le cadre de ce travail, on a utilisé cette technique pour déterminer la composition chimique des argiles. Cette analyse a été effectuée à l'aide de l'appareil Philips, modèle PW2400.

II. 3.2.2 Analyse minéralogique (DRX)

La diffraction des rayons X a pour but la détermination de l'état de cristallisation des matériaux et de leur état amorphe. Un faisceau de rayons X est diffracté sur un réseau de plans cristallins selon la loi de Bragg. Chaque espèce cristalline donne un diagramme de rayons X spécifique. Elle permet donc l'identification des phases argileuses, des minéraux associés (impuretés), des répartitions entre les phases et des empilements entre les feuillets. La diffraction des rayons X est une méthode classique d'étude des aluminosilicates. Elle met en évidence l'écartement entre les feuillets.

Principe d'analyse

Cette technique consiste à irradier un échantillon solide réduit en poudre très fine à l'aide d'un faisceau de rayons X de longueur d'onde (λ) donnée sous un angle d'incidence (θ). La loi de Bragg établit la condition essentielle à la diffraction, à savoir : deux rayons diffusés par un cristal sont en phase et s'additionnent si la différence entre leurs chemins parcourus au sein du cristal est égale à n fois (n = nombre entier) leur longueur d'onde [50]. Cette loi est exprimée par l'équation (5) suivante :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (\text{II.5})$$

λ : la longueur d'onde du rayonnement utilisé (nm).

θ : angle de réflexion en ($^\circ$).

d : la distance réticulaire entre deux plans atomiques adjacents d'une même famille en Å;

n : l'ordre de réflexion.

Le schéma de principe du diffractomètre est donné sur la figure II.9.

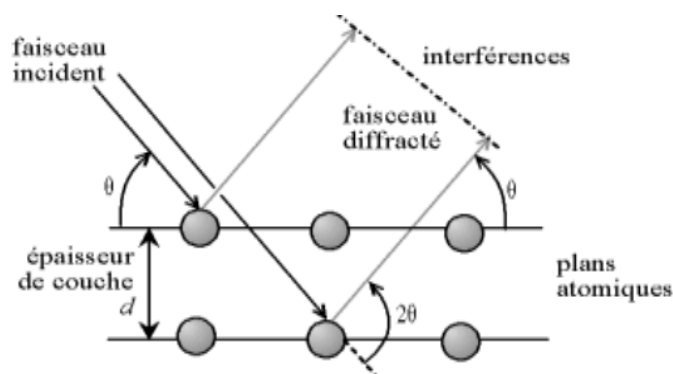


Figure II.9 : schéma de principe du diffractomètre [51].

Cette relation permet, à partir des valeurs de l'angle d'incidence, de déterminer les équidistances des différentes familles de plans caractéristiques du matériau analysé. Les imperfections de la périodicité peuvent cependant limiter l'étendue des domaines diffractants en phase.

Condition d'analyse

Ce diffractogramme exprime l'intensité des rayons X diffractés émis par l'échantillon en fonction de l'angle du détecteur. Les diagrammes de diffraction des rayons X sur poudre ont été collectés avec un diffractomètre Panalytical X'Pert Pro équipé d'un détecteur X'Celerator en mode scanning sur un échantillon. Les conditions expérimentales sont le rayonnement Cu K α ($\lambda = 1,542$ Å), $I = 40$ mA, $V = 45$ kV.

II.3.2.3 Analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR)

Principe d'analyse

La spectroscopie infrarouge (IR) est une technique qui permet de connaître la nature et l'environnement local des liaisons chimiques. Autrement dit, elle est utilisée pour déterminer les groupements fonctionnels présents dans le matériau. Les domaines infrarouges sont :

- Le proche infrarouge : $0,8$ à $2,5$ μm ; allant de $15\,000$ cm^{-1} à 4000 cm^{-1} ;
- le moyen infrarouge : $2,5$ à 25 μm ; allant de 4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1} ;
- le lointain infrarouge : 25 à 1000 μm ; allant de 400 cm^{-1} à 10 cm^{-1} [51].

Son principe est basé sur les interactions et les échanges de radiations électromagnétiques en matière. Lorsqu'une molécule est soumise à un rayonnement infrarouge de fréquence égale à la fréquence de vibration de la molécule, elle entre en résonance, entraînant une absorption du rayonnement. L'énergie de la molécule augmente et elle passe d'un état fondamental à un état excité. Pour une molécule donnée, les vibrations (ν) sont classées en vibration d'élongation ou vibration de valence (stretching). La distance entre deux atomes augmente ou diminue et l'axe de la liaison reste inchangé. Lors de la vibration de déformation angulaire (δ), la position des atomes varie par rapport à l'axe de la liaison originale [52].

Condition d'analyse

Des mesures FT-IR ont été effectuées sur un spectromètre Perkin Elmer Frontier à l'aide de l'accessoire UATR (Universal Attenuated Total Reflectance). Les spectres ont été enregistrés entre 650 cm^{-1} et 4000 cm^{-1} , sur des échantillons purs.

II.3.2.4 Analyse thermique (ATG/ATD)

Principe d'analyse

L'analyse thermique gravimétrique (ATG) est une technique d'analyse qui consiste à enregistrer les variations de masse au cours d'un cycle thermique, alors que l'analyse thermique différentielle (ATD) est basée sur l'étude de la chaleur dégagée ou absorbée par la matière quand elle subit des transformations physiques ou chimiques. Elle consiste en la mesure de la différence entre la température de l'échantillon et celle d'un corps de référence en fonction du temps ou de la température de l'échantillon. Elle permet de distinguer les transformations endothermiques, exothermiques et les phénomènes invariants que peut subir un matériau soumis à l'élévation de la température [53].

Condition d'analyse

Les analyses thermiques de notre travail ont été réalisées avec un analyseur Perkin Elmer Pyris Diamond TGA/TDA entre la température ambiante et 950°C avec un taux de $5^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$ dans des creusets en platine sous atmosphère de N_2 . Les composés ont été maintenus pendant 1 h à 950°C sous atmosphère.

II.3.2.4.1 Analyse thermique différentielle (ATD)

L'analyse thermique différentielle permet de mettre en évidence la quantité de chaleur dégagée (réactions exothermiques) ou absorbée (réactions endothermiques) lors des différentes transformations chimiques et minéralogiques pouvant se produire au cours de la cuisson (frittage) d'un échantillon. En ATD, on enregistre la différence de température (dT) entre l'échantillon étudié et une substance (référence : alumine calcinée) qui ne manifeste aucun accident thermique dans la zone de température explorée. Tout comme la DRX, l'ATD constitue aussi un moyen privilégié d'identification qualitative des constituants d'un échantillon. D'une manière générale, aux réactions endothermiques (dt) correspondent successivement le départ de l'eau absorbée, de l'eau interfoliaire et de l'eau de cristallisation [3].

II.3.2.4.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique détermine les pertes de masse que subit un échantillon au cours du chauffage. Ces pertes de masse sont mesurées en fonction d'une élévation graduelle de la température de chauffe à l'aide d'une thermobalance. Les pertes de masse sont consécutives au

départ d'eau zéolitique, à la décomposition des carbonates et des hydrates et aux changements d'état des minéraux. Les pertes en masse en fonction de la température permettent d'obtenir la courbe d'analyse thermogravimétrique primitive pour mieux apprécier les températures de début et de fin de perte de masse. Cette courbe permet aussi de mieux différencier les pertes de masse consécutives à des phénomènes qui se produisent à des températures bien déterminées et de pouvoir comparer les thermogrammes obtenus à ceux de l'analyse thermique différentielle.

Chapitre III: Résultats et Discussions

III. 1 Caractérisations géotechniques

La nature des argiles à une grande incidence sur les propriétés mécaniques des sols en particulier sur leur comportement avec l'eau.

III.1.1 Limite de liquidité : LL

Les valeurs de la limite de liquidité sont consignées dans le tableau III.1 suivant.

Tableau III.1 : limite de liquidité

Enfoncement du cône (mm)	Masse échantillon	Masse J+1	Masse J+2	Teneur en eau (%)
16,5	17,6	11,5	11,5	53,04
17,7	17,2	11	11	56,36
18,6	16,3	10,4	10,4	56,73
23	19,7	12,5	12,5	57,6
25	18,4	11,3	11,3	62,83

La courbe III.1 représente la courbe de variation de la teneur en eau (%) en fonction de l'enfoncement du cône (mm).

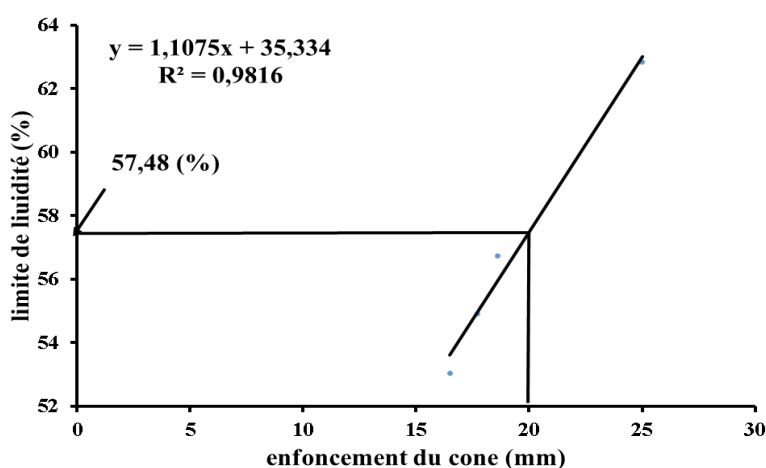


Figure III.1 : Courbe représentative de la relation entre la teneur en eau et l'enfoncement du cône.

Cette droite d'équation $y = 1,1075x + 35,334$ et de coefficient de corrélation $R^2 = 0,9816$, qui dénote une corrélation positive forte, implique ainsi une relation directe entre la teneur en eau et l'enfoncement du cône. D'après la norme ISO 17892-12 :2018(F), la limite de liquidité (LL) est déterminée à une profondeur de 20mm. Autrement dit, cette limite de liquidité (LL = 57,48%) correspond à la teneur en eau (%) pour un enfoncement de 20mm du cône.

III.1.2 Limite de plasticité : LP

La limite de plasticité a été assimilée à la teneur en eau des morceaux de baguette et la valeur trouvée est 32,55%.

III.1.3 Indice de plasticité : IP

Les résultats des propriétés de plasticité de l'ArgB2 de Boké sont regroupés dans le tableau III.2.

Tableau III.2 : les résultats des limites d'Atterberg et de l'indice de plasticité.

Echantillons	Limite de liquidité (%)	Limite de plasticité (%)	Indice de plasticité (%)
ArgB2	57,48	32,55	24,93

Les valeurs de la limite de liquidité (LL) et l'indice de plasticité IP sont respectivement de 57,48% et de 24,93%. Le Guide des terrassements routiers (GTR) utilise les limites d'Atterberg pour classer les sols fins et les regrouper en familles selon leur comportement en chantier. Quelques exemples:

A1 : Argile à faible plasticité ($LL < 35$, $IP < 15$);

A2 : Argile à plasticité moyenne ($35 < LL < 50$, $15 < IP < 25$);

A3 : Argile à haute plasticité ($LL > 50$, $IP > 25$);

S1 : Silt ou limon peu plastique ($LL < 35$, $IP < 10$);

S2 : Silt ou limon à plasticité moyenne ($35 < LL < 50$, $10 < IP < 20$) [54].

Selon ce guide, l'argile (ArgB2) appartient à la famille A3, qui sont des argiles à haute plasticité.

Ces résultats des limites d'Atterberg nous ont permis de tracer la courbe de Casagrande de la figure III.2.

Le diagramme de Casagrande est un outil essentiel pour classer les sols fins en géotechnique. Il représente l'indice de plasticité en fonction de la limite de liquidité.

La ligne A ($IP = 0,73(LL-20)$) sépare les argiles (au-dessus) des limons et sols organiques (en-dessous). La verticale $LL = 50\%$ distingue les sols de haute plasticité (à droite) des sols de faible plasticité (à gauche). Cette classification permet de prédire le comportement mécanique des sols, guidant les décisions en matière de fondations, de stabilité des pentes et de conception d'ouvrages géotechniques.

On peut utiliser le diagramme de plasticité de Casagrande de la figure III.2 pour situer le domaine auquel correspondent ces valeurs et déterminer la nature du matériau argileux ArgB2.

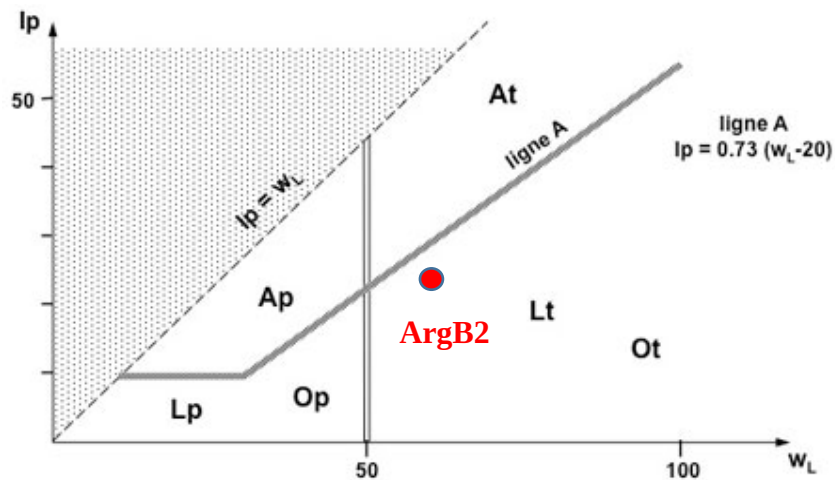


Figure III.2 : diagramme de Casagrande du matériau argileux ArgB2.

D'après cette valeur d'indice de plasticité, on peut en déduire que le matériau (ArgB2) de Boké est un limon très plastique. Ces argiles se caractérisent par une forte cohésion, par une faible perméabilité, une plasticité élevée avec une sensibilité à l'eau élevée en se gonflant.

III. 2 Teneur en eau

Les teneurs en eau des matériaux ArgB1 et ArgB2 (en % massique) sont données dans le tableau III.3 ci-dessous.

Tableau III.3 : La teneur en eau des argiles.

Echantillon	$m_1(g)$	$m_2(g)$	TH (%)
ArgB1	1047,4	963,3	8,969
	1009,2	924,1	
ArgB2	1026,8	1015,4	1,109
	1024,1	1013,0	

Les résultats consignés dans ce tableau III.3 montrent que l'argile ArgB1 (8,969%), présente un taux d'humidité plus élevé que l'argile ArgB2 (1,109 %).

III. 3 Caractérisations minéralogiques

III. 3.1 Analyse chimique

Une analyse par fluorescence X a été effectuée pour les argiles étudiées afin de déterminer leur composition chimique.

Le tableau III.4 regroupe la teneur des éléments chimiques présents dans chaque échantillon.

Tableau III.4 : composition chimique des argiles exprimée en pourcentage massique d'oxyde.

ID	PF	SiO ₂	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	V ₂ O ₅	ZrO ₂	MnO	Cr ₂ O ₃	Totale
ArgB1	11,86	38,15	4,87	11,41	32,83	0,10	0,26	0,04	0,17	0,11	0,02	0,15	99,97
ArgB2	15,82	34,38	2,95	4,39	41,32	0,12	0,78	0,03	0,07	0,05	0,02	0,05	99,97

Nous remarquons d'après le tableau III.4 que la silice et l'alumine sont les composés majoritaires dans les deux argiles. Ces oxydes sont associés aux minéraux argileux et aux feldspaths qui constituent la structure des argiles. Ces forts taux montrent que les échantillons étudiés sont bien des aluminosilicates. Les pertes au feu de l'argile (ArgB1) et de l'argile (ArgB2) sont respectivement égales à 11,86 et à 15,82. L'argile (ArgB1) présente une perte au feu un peu faible, tandis que celle de l'argile (ArgB2) est légèrement élevée, comparée à la valeur théorique d'une kaolinite pure de 14%. En outre, l'échantillon (ArgB1) se caractérise par une teneur particulière en Fe₂O₃ (11,41%) qui induit une couleur rouge brique au matériau argileux. La coloration intense est un atout pour ces échantillons, car il peut être utilisé comme colorant naturel pour les tuiles [55]. Le taux de K₂O est de 0,26 et 0,78 % respectivement dans l'échantillon ArgB1 et l'échantillon ArgB2. Ceci indiquerait au moins la présence d'un minéral micacé dans ces matériaux. Les oxydes tels que CaO, MnO et P₂O₅ sont également présents dans les argiles, mais en quantité faible. Le rapport SiO₂/Al₂O₃ de l'ArgB1 et de l'ArgB2 est respectivement égal à 1,16 et à 0,86. Le rapport SiO₂/Al₂O₃ de l'argile (ArgB1) est trop proche de la valeur théorique d'une kaolinite pure qui est environ égale à 1,1[56]. Alors que le faible rapport 0,86 de l'argile (ArgB2) est peut-être lié à la présence d'une alumine hydratée [57].

Nous avons comparé aussi les résultats des analyses chimiques de l'argile argB2 avec ceux de la bauxite trouvée dans la littérature. Il s'est révélé que la bauxite est un minerai d'aluminium chimiquement composé de : Al₂O₃ (> 40%), SiO₂ (2-20%), Fe₂O₃ (20-35%), TiO₂ (2-4%), accessoirement P₂O₅ (0,1-0,6%) [58], [59] . Donc l'argile (argB2) n'est pas une bauxite bien que le pourcentage de Al₂O₃ (> 40%).

L'analyse chimique des éléments majeurs sous forme d'oxydes des matières argileuses nous a permis d'identifier aussi, à partir du diagramme de composition chimique (figure III.3), les différents domaines d'utilisation de nos matières premières pour la fabrication de produits céramiques. Le potentiel du mélange pour la fabrication des produits en terre cuite ou de donner des indications sur les ajouts ou les mélanges à réaliser pour s'approcher des domaines compatibles avec la production de tuiles ou de briques [60]. La valeur élevée du rapport Al₂O₃/SiO₂ (ArgB2 :1,2) peut être expliquée soit par des sédiments de très faible granulométrie,

donc contenant peu de quartz, soit par des teneurs en minéraux argileux un peu fortes. Ce diagramme d'Augustinik (figure III.3) représente le rapport des teneurs massiques en Al_2O_3 - SiO_2 en fonction de la somme des teneurs $\text{R}_2\text{O} + \text{RO} + \text{Fe}_2\text{O}_3$.

Avec R_2O qui correspond à la somme de $\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$ et RO à la somme de $\text{CaO} + \text{MgO} + \text{MnO}$.

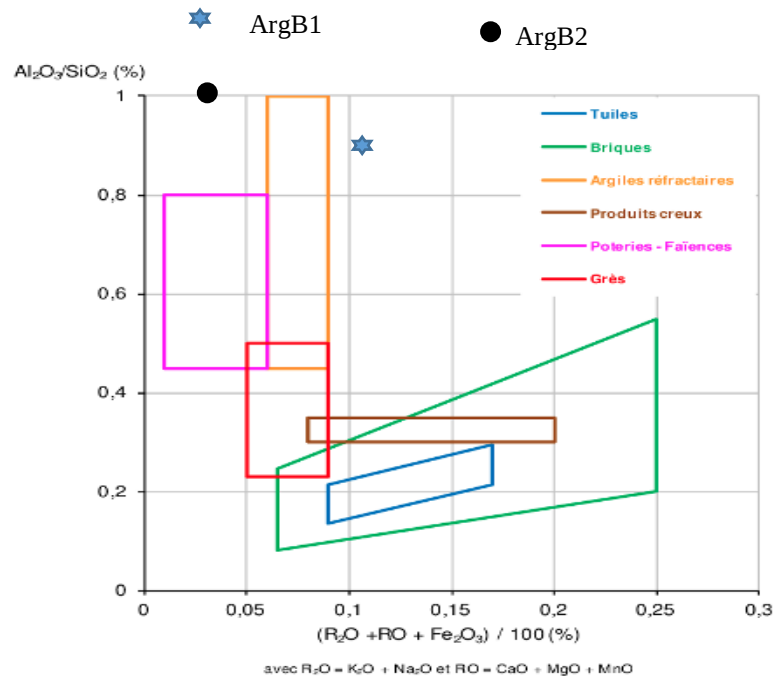


Figure III.3 : positionnement des argiles étudiées sur le diagramme d'Augustinik.

Ce diagramme montre que nos échantillons ne se trouvent pas dans les domaines d'application selon Augustinik. Pour que ces argiles puissent être utilisées ultérieurement, il faut ajouter les fondants selon les domaines d'application visés. Par exemple, pour que l'argile (argB1) soit utilisée dans la poterie ou les faïences, il faut ajouter de l'oxyde de silice.

III. 3.2. Analyse minéralogique (DRX)

La diffraction des rayons X nous permet d'identifier les minéraux présents ainsi que les impuretés associées. Les diffractogrammes des rayons X de l'argile (ArgB1) et l'argile (ArgB2) sont présentés sur la figure III.4.

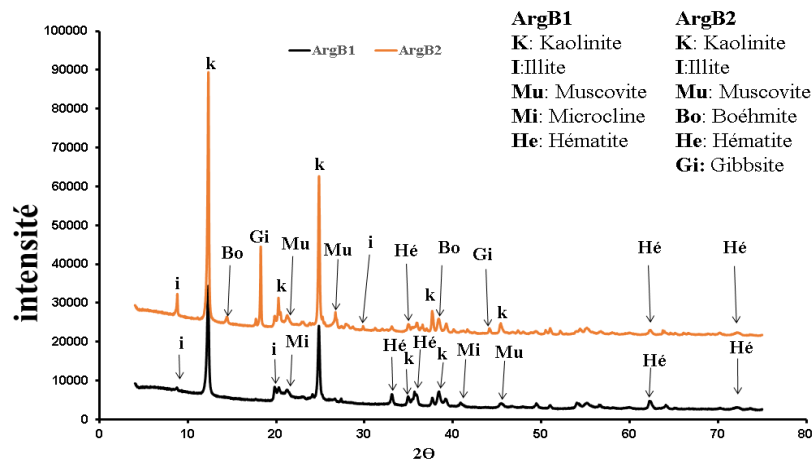


Figure III.4 : diffractogramme des argiles (ArgB1) et (ArgB2).

Dans la figure III.4, nous remarquons que les minéraux argileux principaux de l'argile (ArgB1) sont la kaolinite, la muscovite, le microcline et l'illite, associés à une impureté (minéral non argileux) : l'hématite. Les principales raies caractéristiques des différents minéraux présents dans l'argile (ArgB1) sont:

la kaolinite ($\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$:78-1996) raies à : (12,23Å- 2θ) ; (24,83 Å- 2θ) ;

(34,92 Å- 2θ) ; (38,40 Å- 2θ) ; (55,12Å- 2θ) et (73,68Å- 2θ) ;

L'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$:72-0469), raies à : (33,09 Å- 2θ) ; (49,46 Å- 2θ) ; (62,30 Å- 2θ) ;

Microcline (KAlSi_3O_8 :12-0703) raies à : (21,31 Å- 2θ) ; (27,35Å- 2θ) et (40,94 Å- 2θ) ;

Illite ((K,H₃O)Al₂Si₃Al O₁₀(O H)₂ : 26-0911)) raies à : (8,66 Å- 2θ) et (19,48 Å- 2θ) ;

Muscovite ((KAl₂(Si₃Al)O₁₀(OH)₂ :46-1311)) raies à (37,66 Å- 2θ) ; (26,68 Å- 2θ) et (45,66 Å- 2θ) ;

Pour l'argile (ArgB2), les différents minéraux présents sont : la kaolinite (($\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$), la muscovite ((KAl₂(Si₃Al)O₁₀(OH)₂)), l'illite ((K,H₃O)Al₂Si₃AlO₁₀(OH)₂), associée à des impuretés comme: la gibbsite Al(OH)₃, l'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) et la boehmite ($\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$). Leurs raies caractéristiques sont:

pour la kaolinite ($\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$:83-0971), des raies à (12,24Å- 2θ) ; (20,26Å- 2θ) ; (24,26Å- 2θ) ; (37,65Å- 2θ) ; (45,40Å- 2θ) et (55,54Å- 2θ);

pour l'illite ((K,H₃O)Al₂Si₃Al O₁₀(O H)₂ : 26-0911) des raies à (8,72Å- 2θ) et (31,09Å- 2θ);

Pour l'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$:72-0469) des raies à (33,09Å- 2θ) ; (35,85Å-2θ) ; (49,40Å-2θ) ; (62,34Å -2θ); et (72,24Å-2θ) ;

pour la gibbsite : (Al(OH)₃ :29-0041) des raies à (18,16 Å- 2θ) ; (44,13 Å-2θ) et (47,35 Å-2θ);

Pour la Boémite (γ -AlO(OH)): 74-1895) des raies à (14,40 Å-2 θ) et (38,38 Å-2 θ);
 pour la muscovite : ((KAl₂(Si₃Al)O₁₀(OH)₂):46-1311) des raies à (21,28 Å-2 θ) et (39,23Å-2 θ).
 Le diffractogramme montre que notre échantillon est principalement composé de kaolinite (Al₂Si₂O₅(OH)₄), de l'hématite (α -Fe₂O₃) , d'illite ((K,H₃O)Al₂Si₃Al O₁₀(OH)₂), de la microcline (KAlSi₃O₈), de la muscovite((KAl₂(Si₃Al)O₁₀(OH)₂)), de la boémite (γ -AlO(OH)) et de la gibbsite (Al(OH)₃).

Ces résultats de la diffraction des rayons X confirment le rapport de SiO₂/Al₂O₃ de l'argile (ArgB2) des analyses chimiques.

III. 3.3 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Les spectres infrarouges des différentes argiles (ArgB1 et ArgB2) sont présentés dans la figure III.5 et sont répartis en deux zones distinctes.

Les vibrations d'élongation sont caractérisées par des fréquences élevées situées entre 4000 et 3000 cm⁻¹, tandis que les vibrations de déformation sont caractérisées par des fréquences plus faibles situées entre 1500 et 500 cm⁻¹. Les grandes fréquences concernent les vibrations des hydroxyles O-H, en revanche les bandes des petites fréquences (partie à droite) concernent les liaisons Al-OH, Si-O, Si-O-Si, Fe³⁺-OH et Si-O-Al.

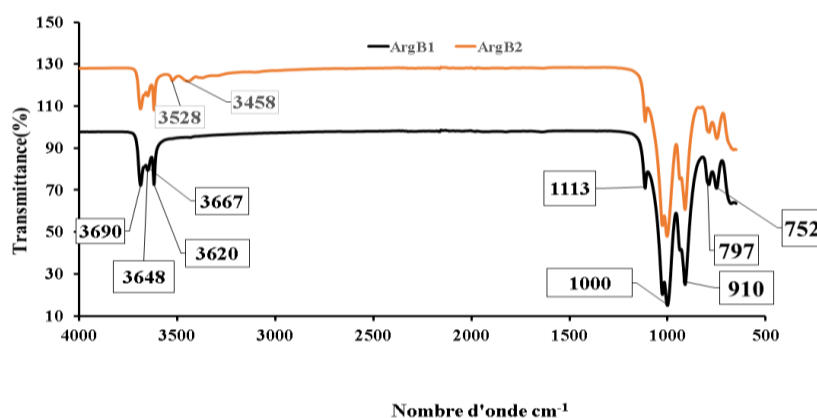


Figure III.5 : spectres infrarouge des argiles : ArgB1 et ArgB2.

Dans la zone des fréquences élevées, se trouvent les vibrations de valence des groupements OH. Les bandes d'absorption correspondant à 3690, 3667, 3648 et 3620 cm⁻¹ sont attribuées aux vibrations symétriques d'élongation des groupements OH libres de la surface externe et aux vibrations d'élongation des groupements OH internes de la kaolinite [61]. La bande correspondant à la vibration d'élongation de groupe Fe³⁺-OH de l'hématite à 3528 cm⁻¹ [62]. La bande correspondant à la vibration d'élongation de groupe OH des molécules d'eau absorbée à 3458 cm⁻¹.

Dans la zone des fréquences faibles (1500 à 500 cm^{-1}), les bandes à 1000 et 1113 cm^{-1} correspondent à des bandes de vibrations de déformation des groupes Si-O et Si-O-Si [62]. Une bande de vibration de déformation du groupement Al-OH à 910 cm^{-1} [61]. Une bande de vibration de déformation du groupement Si-O-Al à 752 (cm^{-1}) et à 792 cm^{-1} [63].

Les bandes de vibrations de déformation de Si-O du quartz n'ont pas été observées, confirmant les résultats de la diffraction des rayons X où le quartz n'a pas été obtenu.

L'absence des bandes de vibration des molécules d'eau dans la courbe de l'argile (ArgB2) confirme ainsi la valeur de sa teneur en eau.

Le tableau III.5 regroupe les différentes bandes IR caractéristiques de l'argile (ArgB1) et de l'argile (ArgB2) ainsi que les vibrations correspondantes.

Tableau III.5 : bandes IR caractéristiques de l'argile (ArgB1) et de l'argile (ArgB2).

Les bandes cm^{-1}	Interprétations
3620 ; 3648 ; 3667 et 3690	Vibrations de valence de la liaison O-H d'une kaolinite
3528	Vibration d'élongation de la liaison $\text{Fe}^{3+}\text{-OH}$
3458	vibration d'élongation du groupe OH des molécules d'eau
1000 et 1013	Vibrations de déformation de la liaison Si-O et Si-O-Si de la kaolinite
910	Vibration de déformation de la liaison Al-OH
752 à 797	Vibration de déformation de la liaison Si-O-Al

III. 3.4 Analyse thermique

L'analyse thermique nous permet d'étudier la stabilité des matériaux argileux ArgB1 et ArgB2.

Les figures III.6 et III.7 représentent respectivement des courbes ATG/ATD des matériaux de l'argile (ArgB1) et l'argile (ArgB2).

III.3.4.1 Analyse thermogravimétrique et thermique (ATG/ATD)

Les courbes ATG/ATD de l'argile (ArgB1) sont présentées sur la figure III.6.

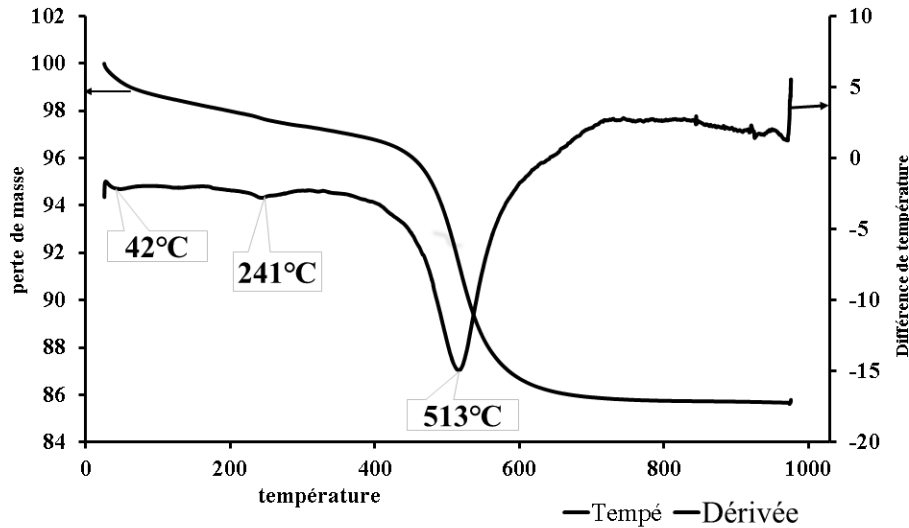
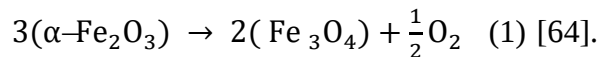


Figure III.6 : Courbes ATG/ATD de l'argile (ArgB1).

La courbe ATG/ATD de l'argile (ArgB1) nous montre trois pertes de masse correspondant à des pics endothermiques.

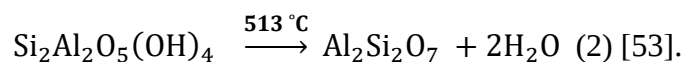
La première perte de masse de 1,79 % correspond au départ des molécules d'eau de surface (adsorbées) et est caractéristique du pic endothermique à 42 °C.

La deuxième perte de masse de 2,2 % correspond à la dégradation de la matière organique et à la transformation de l'hématite en magnétite selon la réaction (1) suivante:



Cette perte de masse engendre le pic endothermique à 241 °C.

La troisième perte de masse de 11,2 % correspond à la déshydroxylation de la kaolinite selon la réaction suivante (2):



Cette perte de masse engendre le pic endothermique à 513 °C.

Le tableau III.6 : résume les données des analyses (ATG/ATD) de l'argile (ArgB1).

Tableau III.6 : les données ATG/ATD de l'argile (ArgB1).

Zone	Température °C	Pertes de masse	Observations
De 40 °C à 200 °C	42	1,79 %	Elimination de l'eau hygroscopique
De 200 °C à 400 °C	241	2,2 %	la décomposition des matières organiques et la transformation de l'hématite en magnétite
De 400 °C à 1000 °C	513	11,2 %	Déshydroxylation de la kaolinite

III.3.4.2 Analyse thermogravimétrique et thermique (ATG/ADT)

Les courbes ATG/ATD de l'argile (ArgB2) sont présentées sur la figure III.7.

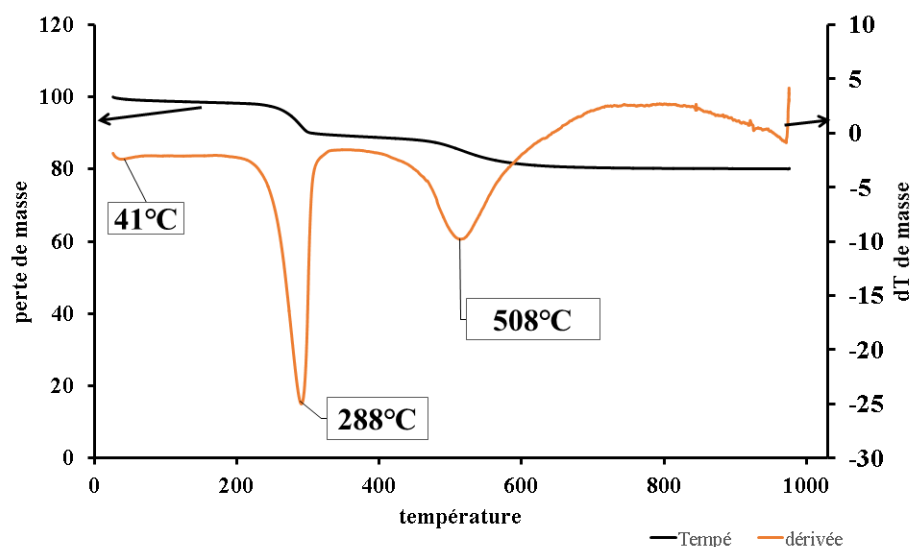
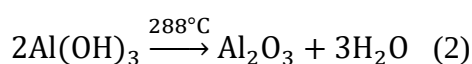
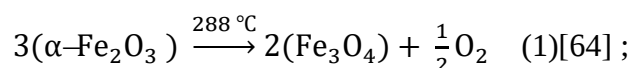


Figure III.7 : courbes ATG/ATD de l'argile (ArgB2)

Dans ce thermogramme de l'argile (ArgB2), nous distinguons trois pertes de masse, toutes caractéristiques des pics endothermiques.

La première perte de masse de 2 %, qui correspond au départ des molécules d'eau de surface, est caractéristique du pic endothermique à 41°C [26].

La deuxième perte de masse de 6 %, correspondant à la dégradation de la matière organique, à la transformation de l'hématite en magnétite (1) et à la déshydroxylation de la gibbsite en alumine (2) selon les deux équations suivantes:



Ces transformations engendrent le pic endothermique à 288 °C.

La troisième perte de masse de 4 % correspond à la déshydroxylation de la kaolinite, selon la réaction (3) suivante :



Cette perte de masse engendre le pic endothermique à 508 °C.

Le tableau III.7 résume les données des analyses (ATG/ATD) de l'argile (ArgB2).

Tableau III.7 : les données ATG/ATD de l'argile (ArgB2).

Zone	Température °C	Pertes de masses	Observations
20 °C 200 °C	41	2 %	Elimination de l'eau hygroscopique
200 °C à 400 °C	288	6 %	La transformation de gibbsite en alumine et la transformation de l'hématite en magnétite
400 °C à 1000 °C	508	4 %	élimination des molécules d'eau

Conclusion

Le travail réalisé pour cette étude nous a permis de faire une caractérisation géotechnique et minéralogique des deux argiles de Boké. Les différentes techniques expérimentales, comme la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie infrarouge (IR), l'analyse chimique et les analyses thermiques (ATG/ATD) utilisées lors de la caractérisation nous ont permis de mettre en évidence les phases minérales. Les minéraux argileux présents dans nos deux échantillons d'argiles sont : la kaolinite ($\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4$), l'illite ($(\text{KH}_3\text{O}) \text{Al}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$), la muscovite ($(\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2)$), le microcline (KAlSi_3O_8) ; associés à des impuretés telles que l'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), la gibbsite $\text{Al}(\text{OH})_3$, et la boémite ($\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$).

IL serait donc nécessaire, pour une exploitation industrielle dans le domaine des céramiques traditionnelles ou de l'éco-construction, d'envisager l'ajout de composés riches en oxydes fondants pour faciliter la consolidation à travers le développement de flux visqueux.

Nous comptons faire la caractérisation géotechnique du minéral argileux ArgB1 de Boké, afin de connaître sa nature ainsi que l'analyse granulométrique des deux argiles.

Ces argiles pourraient être utilisées dans le traitement des eaux polluées par des métaux lourds et dans l'agriculture pour amender les sols.

Références bibliographiques

- [1] J. Clos, « L'état des villes Africaines 2014 », rapport ONU-Habitat HS/005/14F, **2014**.
- [2] V. Kitio, « Le bâtiment durable en Afrique : enjeux, défis et réalités. », rapport, **2013**.
- [3] Y. MILLOGO, « Etude géotechnique, chimique et minéralogique de matières premières argileuse et latéritique du Burkina Faso améliorées aux liants hydrauliques : application au génie civil (bâtiment et route) », thèse, université Ouagadougou, **2008**.
- [4] B. Sorgho, « Caractérisation et valorisation de quelques argiles du Burkina Faso ; application au traitement ces eaux et aux géomatériaux de construction », thèse, université Ouagadougou, **2013**.
- [5] S.O. Diawara, « Caractérisation géotechniques, chimique et mécaniques des matériaux argileux utilisées dans la construction de l'actuelle cité de Djenné: essais de renforcement », thèse, université Bamako, Mali, **2009**.
- [6] Keïta 1, « Géomatériaux argileux du Mali pour la construction. Propriétés mécaniques, durabilité et rôle des tanins », thèse, université de Bamako ; Université de Limoges, **2014**.
- [7] E et al. Emeruwa, « Caractérisation des argiles de la région d'Abidjan : étude comparée de quelques gîtes et leur perspective de valorisation », mémoire, université Abidjan, **2008**.
- [8] Ben Ayed H, « Etude du béton d'argile : application aux briques de terre stabilisée », mémoire université ENIT de Tunis, Tunisie, **2009**.
- [9] L. Zerbo, « Transformations thermiques et réorganisation structurale d'une argile du Burkina Faso », thèse, université Ouagadougou, **2009**.
- [10] G. Oussama, « Valorisation des rejets miniers pour la fabrication des terres cuites. Cas (les rejets phosphatés de la mine de Djebel Onk –Tébessa) », mémoire, université Larbi Tebessi – Tébessa, **2022**.
- [11] M. L. NDIAYE, « Caractérisations minéralogique et physico-chimique d'une argile de Sébikotane », mémoire, université Assane Seck de Ziguinchor, **2019**.
- [12] M. T. DIATTA, « Matières premières argileuses du Sénégal : caractéristiques et applications aux produits céramiques de grande diffusion », thèse, université Assane Seck de Ziguinchor, **2016**.
- [13] F. Elsass, «Minéralogie des argiles de sols : structure, altération, réactivité», thèse, université Louis Pasteur (Strasbourg 1), **2005**.

- [14] S. N. E. N. AICHA, « Synthèse et caractérisation d'argile de Tissemsilt modifiée : Application à l'adsorption des polluants organiques », mémoire, universitaire El-wancharissi de Tissemsilt, **2020**.
- [15] L. D. Dahmani Fatima, « Matériaux composite Argile-polysaccharide : Valorisation de ressources naturelles », mémoire, université Ibn Khaldoun – TIARET, **2020**.
- [16] L. Zerbo, « Transformations thermiques et réorganisation structurale d'une argile du Burkina Faso », thèse, université Ougadougou, **2009**.
- [17] B. Djamila, « Elimination des polluants organiques avec de l'argile anionique pour la protection de l'environnement », mémoire, université d'Adrar, **2014**.
- [18] N. TAHARI, « Réactivité d'argile modifiée par polymérisation. Etude de l'adsorption des polluants des eaux usées », thèse, université Tunis El Manar, **2021**.
- [19] Stephane Tesson, « Un champ de force polarisable pour l'étude des argiles à l'échelle moléculaire », thèse, université Pierre & Marie Curie - Paris 6, **2016**.
- [20] M. M. Imane et M. T. C. Asmae, « Elimination d'un polluants organique par adsorption argileux en milieux aqueux », mémoire, Abdelhamid Ibn Badis university – Mostaganem, **2023**.
- [21] M. S. MEZA, « Elaboration d'un composite amidon-argile en vue de son application dans le traitement des effluents liquides », mémoire, école Nationale Polytechnique, **2022**.
- [22] S. Selmani, « Formulation de liants aluminosilicates à partir de différentes argiles tunisiennes », mémoire, école Nationale d'Ingénieurs de Sfax, **2015**.
- [23] B. Laibiko, « Comportement hygro-thermo-mécanique de matériaux structuraux pour la construction associant des fibres de kénaf à des terres argileuses. », thèse, université Normandie; université d'Abomey-Calavi (Bénin), **2017**.
- [24] D. W. OSOMBA, « Caractérisation et valorisation des matériaux argileux de la Province de Kinshasa (RD Congo) », thèse, université de Liège, **2012**.
- [25] M. PROVENCHER, « Fixation du zinc sur la kaolinite -la montmorillonite et sur un sédiment du fleuve Saint-laurent », mémoire, université de Ouagadougou, **2008**.
- [26] N. Abidi, « Interactions argiles naturelles-effluents teinturiers : influence des propriétés de surface des argiles et mécanismes d'adsorption des colorants », thèse, université de Strasbourg; université de Carthage (Tunisie), **2015**.
- [27] T. LEUSSA Claudia Charlotte, « Influence de la cristallinité de deux minéraux argileux de type 1/1 sur leur pouvoir pouzzolanique », mémoire, université Yaoundé I, **2014**.
- [28] M. R. TEZKRATT, « Les argiles : classification et applications dans le traitement des eaux chargées en composés phénoliques », mémoire, école Nationale Polytechnique, **2014**.

- [29] L. Bachir, « Etude géologique; géochimique et minéralogique de l'indice d'attapulgitite dans la région de Rhoufi (W. BATNA) », mémoire, Badji Mokhtar-Annaba university, **2008**.
- [30] N. Clauer, «Les minéraux argileux leur rôle et importance dans un site de stockage de déchets radioactifs en couche argileuse profonde», article, Strasbourg, **2005** - n° 285-286.
- [31] S. Drouin, « Rôle des argiles dans la préservation et la fossilisation de la Matière Organique $\pm$ pétrologène $\pm$ », thèse, université d'Orléans, **2007**.
- [32] C. Ibtissem, « Etude lithologique, géochimique et minéralogique des formations géologiques de la ligne de chemin de fer Annaba-Skikda (cas de la région d'Azzaba) : conséquences géotechniques », thèse, Badji Mokhtar-Annaba university, **2018**.
- [33] M. Koneshloo, «Caractérisation, estimation et valorisation de gisements d'argiles kaoliniques du bassin des Charentes», thèse, école Nationale Supérieure des Mines de Paris, **2007**.
- [34] N. BABAHOUM, « Caractérisation, valorisation des bentonites Algériennes pour l'utilisation dans l'industrie pharmaceutique et cosmétique: cas du gisement de Maghnia, Tlemcen-Algérie », thèse, école Nationale Polytechnique, **2022**.
- [35] A. AZARA, «Activation des argiles: modes et modifications structurales», mémoire, école Nationale Polytechnique, **2016**.
- [36] J. Wakim, « Influence des solutions aqueuses sur le comportement mécanique des roches argileuses », thèse, école nationale supérieure des mines de Paris, **2005**.
- [37] J. Nevila, « Étude de matériaux argileux albanais. Caractérisation "multi-échelle" d'une bentonite magnésienne. », thèse, de l'université d'Orléans, **2003**.
- [38] Y. Bentahar, « Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines : application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse », thèse, université de Nice-Sophia Antipolis, **2016**.
- [39] M. Ile : D. Garmia, «Synthèse et caractérisation de montmorillonite modifiée : Application à l'adsorption des colorants cationiques», mémoire, université Ferhat Abbas- Sétift-1-, **2014**.
- [40] N. ESSAIDI, « Formulation de liant aluminosilicaté de type géopolymère à base de différentes argiles Tunisiennes », **2013**.
- [41] K. BELLIR, É. NOUI, « Caractérisation et étude de la rétention des polluants organiques et inorganiques par des argiles locales : application dans l'imperméabilisation des C.E.T», thèse, université Constantine 3, **2013**.

- [42] M. Abdelhak, « Synthèse de polytétrahydrofurane catalysées par le kaolin de Guelma », mémoire, Badji Mokhtar- Annaba university, **2007**.
- [43] « La région de Boké en chiffres 2022 », nov. **2023**.
- [44] M. B. Diallo, « Présentation générale du pays et méthodologie de l'enquête ».
- [45] F. Portet, Sylvie Nicaise, Olivier Neol, « La classification des sols », rapport, école des Mines Douai, **2011**.
- [46] I. CISSOKHO et S. M. GUEYE, « Elaboration d'un catalogue de dysfonctionnement des chaussées souples pour la zone ouest du Sénégal », mémoire, université Cheikh Anta DIOP Dakar, **2004**.
- [47] F. Anjum, A. Ghaffar, Y. Jamil, et M. I. Majeed, « Effect of sintering temperature on mechanical and thermophysical properties of biowaste-added fired clay bricks », J. Mater. Cycles Waste Manag, **2019**. [En ligne]. Disponible sur: vol. 21, no 3,
- [48] H. Baccour, M. Medhioub, F. Jamoussi, et T. Mhiri, « Influence of firing temperature on the ceramic properties of Triassic clays from Tunisia », J. Mater. Process. Technol, **2009**.
- [49] V. V. Thirion-Merle, « Spectrométrie de fluorescence X », article, université Lyon, 7, **2016**.
- [50] K. M. Attayib, « Elaboration et caractérisation des nanomatériaux à partir de l'argile locale et application dans le traitement des rejets industriels », mémoire, université de 8 mai 1945, **2021**.
- [51] A. EL HAJJI, « La spectroscopie infrarouge ».
- [52] M. T. Diatta, « Matières premières argileuses du Sénégal : caractéristiques et applications aux produits céramiques de grande diffusion », thèse, université Assane Seck Ziguinchor, **2016**.
- [53] T. L. C. Charlotte, « kaolin from Djebel », université de Youndé I, **2014**.
- [54] R. NADIR, « Limites d'Atterberg : Compréhension et Applications Pratiques en Géotechnique. », rapport, **2024**.
- [55] A. B. LAIBI, M. GOMINA, B. SORGHO, et E. SAGBO, « Caractérisation physico-chimique et géotechnique de deux sites argileux du Bénin en vue de leur valorisation dans l'éco-construction », journal, école Polytechnique d'Abomey-Calavi, université d'Abomey-Calavi (LERCA/EPAC/UAC), **2017**.
- [56] A. B. LAIBI, Moussa GOMINA, Brahim SORGHO, Etienne SAGBO, et Philippe BLANCHART, « Caractérisation physico-chimique et géotechnique de deux sites argileux du Bénin en vue de leur valorisation dans l'éco-construction. », Int. J. Biol. Chem. Sci. 11(1): 499-514, February, **2017**.

- [57] N. Bouzidi et Y. Berredjem, « Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson. », thèse, université de Bejaia, Algérie l'école Nationale Supérieure des Mines de Saint Étienne, **2012**.
- [58] Wanchao L, Jiakuan Y, et Bo X., « Review on treatment and utilization of bauxite residues in China. Int. J. Miner. Process., 93: 220–231 », **2009**.
- [59] Gräfe M, Power G, et Klauber C., . « Bauxite residue issues: III. Alkalinity and associated chemistry. Hydrometallurgy », 108:60–79., 2011. [En ligne]. Disponible sur: 10.1016/j.hydromet.2011.02.004
- [60] R. S. Deramne, « Elaboration de céramiques silicatées à base de matières premières argileuses et d'un déchet végétal de Centrafrique : Caractéristiques physicochimiques et frittage », thèse, université de Limoges; université Lomé (Togo), **2021**.
- [61] C. Nassima, « Epuration des eaux usées : l'élimination des micropolluants dans les eaux usées par un matériau argileux », mémoire, université Mohammed Chérif Messaadia Souk Ahras, **2013**.
- [62] G. Jozanikohan et M. N. Abarghoeei, « The Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) analysis for the clay mineralogy studies in a clastic reservoir », **2022**.
- [63] A. Boulmouk, Y. Berredjem, Gerfi, et A. Gheid, « kaolin from Djebel Debbagh Mine, Guelma, Algeria », thèse university Badj Mokhtar, **2007**.
- [64] S. MEILLON, « Etude des nouvelles propriétés de la magnétite et de l'hématite après transformation par irradiation et par mécanosynthèse », rapport, CEA-R-5720, université Paris XI Orsay, **1996**.

Annexes

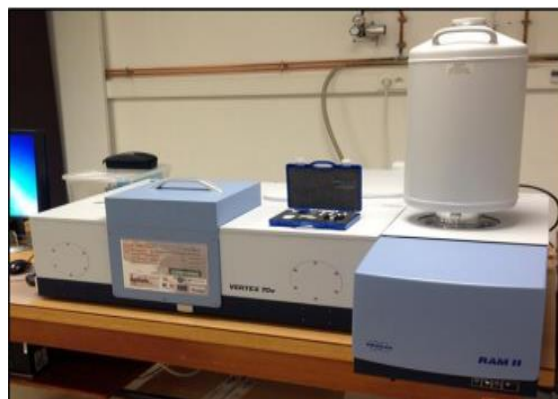
Annexe1 : appareil de mesure X'Pert Pro PANalytical diffractometer de la diffraction des rayons X



Annexe 2 : schéma de principe et l'appareil d'une microélectronique à balayage



Annexe 3 : spectrophotomètre infrarouge IR Modele Perkin Elmer 1760.



Annexe 4 : dispositif de l'analyse thermique



Annexe 5 : analyseur thermogravimétrique modèle Mettler Toledo

