

Available online at www.sciencedirect.com



C. R. Geoscience 338 (2006) 693–702

GEOSCIENCE

http://france.elsevier.com/direct/CRAS2A/

Géomatériaux

Potentialité d'utilisation d'argiles marocaines de Jbel Kharrou dans l'industrie céramique

Nadia El Yakoubi^{a,*}, M'hamed Aberkan^a, Mohamed Ouadia^b

^a Département des sciences de la Terre, faculté des sciences, université Mohammed-V–Agdal, avenue Ibn-Battouta, BP 1014, Rabat-Agdal, Maroc ^b Département des sciences de la Terre, faculté des sciences, université Chouaîb-Doukkali, BP 20, 24000 El Jadida, Maroc

Reçu le 6 juin 2005 ; accepté après révision le 17 mars 2006

Disponible sur Internet le 27 juillet 2006

Présenté par Ždenek Johan

Résumé

Les argiles ordoviciennes de Jbel Kharrou (Rehamna, Maroc) ont été étudiées pour emploi en céramique. Les études réalisées ont porté sur deux échantillons B1 et B2, jugés représentatifs, prélevés dans une formation à dominance argileuse, légèrement métamorphisée, qui affleure à 25 km à l'est de la ville de Skhour Rehamna. Les analyses chimiques, les études minéralogiques et les essais technologiques effectués sur ces échantillons indiquent que ces argiles peuvent être considérées comme argiles grésantes (non réfractaires) pouvant être utilisées pour la fabrication de produits céramiques, tels que carreaux, sols et murs, sanitaire, poterie, etc. Des briquettes d'essais, cuites à 1040 °C, restent plates, sans déformation ou défauts et de teinte blanc crème. Celles-ci présentent une très forte résistance mécanique à la flexion, une perte en poids tolérable et un coefficient de retrait à la cuisson peu élevé (12%); ce dernier peut être corrigé par l'ajout d'un dégraissant. *Pour citer cet article : N. El Yakoubi et al., C. R. Geoscience* 338 (2006).

© 2006 Académie des sciences. Publié par Elsevier SAS. Tous droits réservés.

Abstract

Use potentialities of Moroccan clays from the Jbel Kharrou area in the ceramic industry. The Ordovician clays of Jbel Kharrou (Rehamna, Morocco) have been studied for their use in ceramic industry. The realised studies were carried out on two samples B1 and B2, the most representative, taken from a clay dominated formation that outcrops 25 km east of the Skhour Rehamna city. The chemical analyses, mineralogical studies and advanced technological tests undertaken on the two samples indicate that these clays can be considered as non-refractory material, so they can be used to the manufacturing of ceramic products: soil and wall tiles, sanitary, pottery, etc. The tested briquettes, cooked at 1040 °C, remain flat, without deformation or defects; they are of cream white dye. These briquettes show a high mechanical resistance to the flexion, the loss in weight remains tolerable with cooking, lightly elevated (12%); it can be corrected by the addition of a grease-remover. *To cite this article: N. El Yakoubi et al., C. R. Geoscience 338 (2006).*

© 2006 Académie des sciences. Publié par Elsevier SAS. Tous droits réservés.

Mots-clés : Maroc ; Jbel Kharrou ; Argile ; Analyse minéralogique ; Analyse chimique ; Essais technologiques ; Industrie céramique

Keywords: Morocco; Jbel Kharrou; Clay; Mineralogical analysis; Chemical analysis; Technological tests; Ceramic industry

* Auteur correspondant.

 $1631-0713/\$ - see \ front \ matter \ @ 2006 \ Académie \ des \ sciences. \ Publié \ par \ Elsevier \ SAS. \ Tous \ droits \ réservés. \ doi:10.1016/j.crte.2006.03.017$

Adresse e-mail: nadiamox@yahoo.fr (N. El Yakoubi).

Abridged English version

1. Introduction

The anticline of Jbel Kharrou, localised 25 km east of the Skhour Rehamna region, consists of Palaeozoic argillaceous formations belonging to the Hercynian Rehamna block, located in the western part of Moroccan Meseta (Fig. 1).

Few studies are related to this block. Based on the geographical distribution of the Palaeozoic outcrops of Rehamna, two sub-domains, separated by discontinuous plateaus of Cretaceous formations, are distinguished: (*i*) septentrional Rehamna in the north, and (*ii*) western, central and eastern Rehamna in the south [15].

The studied sector (the anticline of Jbel Kharrou) belongs to the unit of the eastern Rehamna; it is composed of terranes of Ordovician age, of terrigenous nature. The latter are organized, from bottom to the top (Fig. 2), in three formations:

- the *formation of Drioukat* (113 m): composed of bioturbated micaceous sandstones, of gray colour, to argillaceous-micaceous beds, this formation is allotted to Lower Arenig [10];
- the *formation of Demja* (200 m): it presents a progressive change passing from the micaceous sandstones to argillaceous deposits;
- the *formation of Allahia* (150 m), consisted quartzitic of sandstone; it is allotted to Caradoc [3].

The Demja formation consists of sandy clays, rich in floated and faded micas. The colour is white–grey, becoming more and more dark in-depth. It contains two quartzitic bars: the lower one is lenticular, visible on a distance of 1.5 km; the upper bar outcropping on all the area of Jbel Kharrou is allocated by diaclases with hematite platings. The thickness of this formation exceeds 200 m and its extension is 4.5 km.

The deposits under the lower quartzitic bar are related to the Ordovician [9]; Destombes (1971) arranged them in Middle or Lower Arenig [3].

The presence of graptolites in the sediments between the two quartzitic bars suggests an Upper Arenig to Llanvirn age [10].

Within the framework of a research task initiated by the Spanish company Minera Sabater, SARL, on the opportunity to use clays of the Ordovician formation of the Jbel Kharrou anticline in ceramics, we were brought to make a study focused on their geological context and to proceed to the determination of their geochemical, mineralogical and technological characteristics. This study concerns two samples B1 and B2, the most representative, taken from the surface of white clays of the Demja formation. The convincing results provided by these two samples led to the realization of four boreholes to study the in-depth evolution of the carrying formation and to determine the potentialities of the sector. Several samples, taken in drilling cores, were studied in the laboratory of Minera Sabater in Spain; they will be the subject of a later publication.

2. Experimental results

2.1. Granulometric analyses

This analysis was carried out under water and the refusal of each sieve was dried and weighed. The percentages of the various classes of particle-size are given in Table 1 and Figs. 3 and 4. The following remarks are essential:

- the percentage of the elements whose diameter is higher than 50 μm is negligible: approximately 1% for the sample B1 and 4% for the sample B2;
- the percentage of the elements whose diameter is lower than 2 μm (clays) is very high: 42.3% for the sample B1 and 39.1% for the sample B2;
- the granulometry of the studied samples is excellent for use in ceramics. The problem of the elements whose diameter is higher than 50 µm can be corrected by a simple crushing and sifting.

2.2. Chemical analysis

The results of the chemical analyses related to the major elements, the ion sulphates (SO_4) and the loss on the ignition are presented in Table 2.

These analyses show a moderately high content of TiO_2 , Fe_2O_3 can be regarded as acceptable for the use in ceramics. The K₂O content is very high; it is probably related to the presence of the micas. The contents recorded of SO₄ and CaO attest the presence of the gypsum. The Al₂O₃ content is weak, but SiO₂ seems however relatively high for a plastic clay.

By comparing this clay with a fireclay whose alumina rate is higher than 45% [1], the alkaline fluxes (K₂O and Na₂O) and the alkaline-earth (MgO and CaO) lower than 4% [8], it can be remarked that the clay of Jbel Kharrou is very plastic and is cooked white since the percentage in TiO₂ and Fe₂O₃ is lower than 1.5% [11].

The problem of sulphur will be corrected by the addition of barium carbonate to the paste, which will form a more stable barium sulphate.

2.3. Mineralogical analysis

The used of the X-ray diffraction method, carried out on two powder samples B1 and B2, provides the determination of the various mineralogical phases and their respective rates according to the Powder Diffraction File data base.

The results in Table 3 show the predominance of illite, presenting favourable properties for ceramic use. The other argillaceous components are negligible.

The content of quartz is very tolerable since it can be easily digested by vitreous flow during cooking.

The mineralogical analyses are in accordance with the chemical analyses. White clays of the Demja formation are very plastic and can be interesting in the manufacturing of ceramic pastes, which can be confirmed by industrial tests.

2.4. Flow

In a barbotine composed of 220 g of clay and 200 ml of water, increasing quantities of deflocculant were gradually added. After agitation during 15 min, the viscosity of barbotine was measured. The results of this study are presented in Table 4 and Fig. 5.

It was noted, that from 0.53% of the deflocculant contents, viscosity is minimal and stable. The white clay samples B1 and B2 also have an optimal flow at 0.53% of deflocculant.

2.5. Technological characteristics

The determination of the technological characteristics was realized on test briquettes whose higher face is marked by two lines according to the diagonals used to measure the withdrawal due to drying and cooking. The briquettes were dried at 110 °C, and then cooked at various temperatures.

2.5.1. Dilatometry

It consists on the study of dilation and the withdrawal of dried briquettes at various temperatures. The rise in temperature was carried out at the rate/rhythm of $3 \,^{\circ}C/min$ until 1200 $^{\circ}C$. The length recorded between the two lines on briquette is 10 mm. The formula applied for the determination of the rates of dilation is:

$$\delta l/l_0 = (l_t - l_0)/l_0$$

where l_0 is length between the two marks recorded on briquette before cooking (it is adjusted with 10 mm), l_t length between the two marks recorded on briquette after cooking at the temperature t.

The results obtained are given in Fig. 6. They show that between 950 and 1040 $^{\circ}$ C, the fusible phase appears mainly. This mean interval of temperature (90 $^{\circ}$ C) gives

the opportunity to the grains to react correctly between them and to give materials that will resist to the deformation at high temperatures, favourable asset for the ceramic production.

The curve of dilatometry shows that clays of the formation of Demja will be charged until a temperature of 1040 °C.

2.5.2. Mechanical resistance to the flexion

The measurement of the resistance in kg \times f/cm² that a briquette can develop against the flexion under a load applied by an apparatus of the type NETSZH, is given by the following formula:

$$R(\text{kg} \times \text{f/cm}^2) = P \times 7.5/l \times e \times 2$$

where *R* is the mechanical resistance to the flexion, *P* the force in kg \times f that causes the rupture of the briquette, *l* the width of briquette, and *e* the thickness of briquette.

The test was carried out on cooked briquettes at 950, 1000, 1050, and 1100 °C. The results obtained on the two studied samples are resumed in Table 5.

The mechanical resistance to the flexion increases with vitrification up to a high level of resistance, then the material becomes breakable. For the two samples, the temperature of 1050 °C represents the limit of the mechanical resistance to the flexion.

2.5.3. Loss in weight with cooking

The reduction in the weight of each briquette between drying with 110 °C and the various temperatures of cooking is given by the following formula:

Loss in weight% = $100(m_{110} - m_t)m_{110}$

where m_{110} is mass sample with 110 °C, m_t mass of cooked sample at the temperature t.

At 500 °C, the product loses its boiler feed water. Between 700 and 900 °C, several chemical reactions as oxidation of FeO, decomposition of sulphates, nitrates and of carbonates happen.

The percentages of the weight loss at temperatures of 950, 1000, and 1050 °C are provided in Table 6. The percentages are very tolerable (7%), which makes this material very profitable for the industrial exploitation.

2.5.4. Withdrawal with cooking

The determination of the value of withdrawal is done by the study of the variation of the average lengths of the lines recorded on briquettes between drying at 110 °C and cooking at various temperatures. The following formula allows the calculation of the withdrawal cooking: Withdrawal with cooking (%)

$$= (L_{110} - L_t / L_{110}) \times 100$$

where L_t is the length after cooking, and L_{110} the length after drying at 110 °C.

The percentages of the withdrawal to cooking determined at cooking temperatures of 950, 1000, and $1050 \,^{\circ}$ C, are given in Table 7.

The withdrawal increases with the vitrification of the material studied at high temperatures of cooking. The reduction in the volume of the material is generally due to the progressive disappearance of porosity. The evolution of apparent volume depends on the dilatometry which highlights a reduction in the volume involving a compaction of material by disappearance of the intergranular vacuums.

2.5.5. Colour after cooking

At 1050 °C, briquettes of the two samples B1 and B2 have a very favourable colour (white–cream), but it becomes dark with the increasing of the cooking temperature (Table 8).

3. Conclusion

The mineralogical analysis of the samples B1 and B2, taken in the outcrop of the Demja formation, indicates the presence of the illites as the main mineral, quartz and some other minerals in traces.

The chemical analyses and the technological tests show suitable industrial characteristics of these clays. The withdrawal with cooking, slightly high (12%), can be corrected by the addition of a grease-remover (sands, crushed glass, grogs, feldspars, pegmatites or other substances with no hydraulic character).

Clays of the Ordovician of the Demja formation belonging to the Jbel Kharrou anticline, Rehamna, can also be regarded as plastic clay able to find application in ceramic industry.

1. Introduction

L'anticlinal de Jbel Kharrou, localisé à 25 km à l'Est de la ville de Skhour Rehamna, est constitué de formations argileuses paléozoïques faisant partie du massif hercynien des Rehamna, situé dans la partie occidentale de la Méséta marocaine (Fig. 1).

Les études relatives à ce massif sont peu nombreuses. Le travail le plus détaillé a été réalisé par Hoeppfner sur les Rehamna orientaux ; ce dernier a mis l'accent sur le matériel paléozoïque et son évolution hercynienne [10]. L'étude de Michard sur le massif paléozoïque des Rehamna, a apporté plus de données sur la tectonique, la stratigraphie et la pétrogenèse dans le secteur [15]. D'autres auteurs, notamment Destombes et al. [5] ont contribué à l'étude de la stratigraphie du massif des Rehamna [5].

Se basant sur la répartition géographique des affleurements paléozoïques des Rehamna, deux sousdomaines, séparés par des placages discontinus de formations crétacées [15], sont distingués : (i) les Rehamna septentrionaux au nord, et (ii) les Rehamna occidentaux, centraux et orientaux au sud.

Le secteur étudié (l'anticlinal de Jbel Kharrou) appartient à l'unité des Rehamna orientaux ; il est composé de terrains d'âge Ordovicien, de nature terrigène. Ces derniers sont organisés, du bas vers le haut, en trois formations (Fig. 2) :

- la formation de Drioukat (113 m) : constituée de grès micacés bioturbés, de teinte grise, à lits argilomicacés, cette formation est attribuée à l'Arenig inférieur [10];
- la formation de Demja (200 m) : elle présente un changement progressif passant des grès micacés à des dépôts argileux ;
- la formation d'Allahia (150 m) : constituée de grès quartzitiques, est attribuée au Caradoc [3].

La deuxième formation dite de Demja est constituée d'argiles sableuses riches en micas flottés et décolorés (altérés). La couleur est blanc–gris, devenant de plus en plus foncée en profondeur. Cette formation renferme deux barres quartzitiques : une barre inférieure lenticulaire, visible sur une distance de 1,5 km, et une barre supérieure présentant des diaclases souvent à placages d'hématite ; celle-ci affleure sur toute la région de Jbel Kharrou. La puissance de cette formation dépasse 200 m et son extension est de 4,5 km.

Les dépôts sous la barre quartzitique inférieure sont attribués à l'Ordovicien [9] ; Destombes [3] les a rangés dans l'Arenig moyen ou inférieur.

La présence de graptolites dans les sédiments encadrés par les deux barres quartzitiques a permis de les dater de l'Arenig supérieur et Llanvirn [10].

Il est à signaler qu'au Maroc, les études intéressant les séries argileuses paléozoïques sont rares; on cite les études établies par Destombes et Jeannette [4], Mazéas [14] et Malecha [13] sur les argiles céramiques siluriennes de Taghjicht. Les travaux présentés par El Khachani en 1987 et en 1996 ont porté, d'une part sur l'étude des faciès argileux du Paléozoïque dans la région de Benhmed, d'autre part sur les possibilités d'emploi



Fig. 1. Unités structurales de la Meseta occidentale. Fig. 1. Structural units of occidental Meseta.

en céramique des argiles paléozoïques de quelques régions du domaine mésétien [6,7]. Aucune étude plus récente n'a été effectuée jusqu'à présent dans les formations, objets de notre contribution.

Dans le cadre d'un travail de recherche initié par la société espagnole Minera Sabater, SARL sur la possibilité d'emploi en céramique des argiles de la formation ordovicienne de l'anticlinal de Jbel Kharrou, nous avons été amenés à réaliser une étude approfondie sur leur contexte géologique et à procéder à la détermination de leurs caractères géochimiques, minéralogiques et technologiques.

Nos premières recherches avaient porté sur deux échantillons B1 et B2 les plus représentatifs, prélevés en surface des argiles blanches de la formation de Demja. Les résultats probants fournis par ces deux échantillons ont conduit à la réalisation de quatre sondages carottés pour étudier l'évolution en profondeur de la formation porteuse et déterminer les potentialités du secteur. Plusieurs échantillons, prélevés des carottes des sondages, ont été étudiés dans le laboratoire de Minera Sabater en Espagne ; ils feront l'objet d'une publication ultérieure.

La présente note est une mise au point, d'une part sur le contexte géologique de ces argiles, d'autre part sur les différents résultats fournis par les études de caractérisation et les tests technologiques, réalisés sur les deux échantillons B1 et B2.



Fig. 2. Log lithostratigraphique synthétique de Jbel Kharrou. Fig. 2. Synthetic lithostratigraphic log of Jbel Kharrou.

Tableau 1 Analyse granulométrique des échantillons B1 et B2 Table 1 Granulometric analysis of samples B1 and B2 Taille en u

Tunie en µ	tranches granulométriques		
	B1	B2	
>60	0,3%	2,8%	
60-50	0,7%	1,2%	
50-20	5,1%	9,9%	
20-10	11,9%	14,6%	
10-2	39,7%	32,4%	
<2	42,3%	39,1%	

Nous rappelons que deux échantillons de couleur blanche B1 (X = 287, Y = 211) et B2 (X = 284,8, Y = 207,4), prélevés des affleurements, ont fait l'objet d'analyses granulométriques, chimiques, minéralogiques et technologiques pour l'évaluation de l'aptitude de ces argiles à être utilisées dans les domaines de la céramique.

Ces analyses sont faites au laboratoire Minera Sabater à Teruel (Espagne).

2. Résultats expérimentaux

2.1. Analyse granulométrique

Cette analyse a été effectuée sous l'eau et le refus de chaque tamis a été séché et pesé. Les pourcentages des différentes tranches granulométriques sont donnés dans le Tableau 1 et les Figs. 3 et 4. De cette analyse, les remarques suivantes s'imposent :

- le pourcentage des éléments dont le diamètre est supérieur à 50 µm est négligeable : environ 1% pour l'échantillon B1 et 4% pour l'échantillon B2;
- le pourcentage des éléments dont le diamètre est inférieur à 2 μm (argiles) est très élevé : 42,3% pour l'échantillon B1 et 39,1% pour l'échantillon B2;
- du point de vue usage dans l'industrie céramique, la granulométrie des échantillons étudiés est excellente. Le problème des éléments dont le diamètre est supérieur à 50 µm peut être corrigé par un simple broyage et tamisage.

2.2. Analyse chimique

Les analyses chimiques ont porté sur les majeurs, l'ion sulfate (SO₄) et la perte au feu. Les résultats sont présentés dans le Tableau 2.

On remarque une teneur en TiO_2 un peu élevée ; celle en Fe_2O_3 peut être considérée comme acceptable pour

Distribution des particules Refus à 60µ: 0,3% en poids



Fig. 3. Analyse granulométrique de l'échantillon B1.

Fig. 3. Granulometric analysis of sample B1.





Fig. 4. Analyse granulométrique de l'échantillon B2. Fig. 4. Granulometric analysis of sample B2.

l'usage en céramique. La teneur en K_2O est très élevée ; elle est probablement liée à la présence des micas. Les teneurs enregistrées en SO_4 et en CaO attestent la présence du gypse. La teneur en Al_2O_3 est faible, celle en SiO_2 semble cependant relativement élevée pour une argile plastique.

Si l'on compare cette argile avec une argile réfractaire dont le taux d'alumine est supérieur à 45% [1], celui des fondants (alcalins [K₂O et Na₂O] et des alcalinoterreux [MgO et CaO]) inférieur à 4% [8], on peut dire que l'argile de Jbel Kharrou est très plastique et cuit blanc, puisque le pourcentage en TiO₂ et Fe₂O₃ est inférieur à 1,5% [11].

Le problème de soufre va être corrigé par l'addition de carbonate de baryum à la pâte, ce qui formera un sulfate de baryum plus stable.

2.3. Analyse minéralogique

La méthode utilisée est celle de la diffraction X, réalisée sur deux échantillons en poudre B1et B2. La détermination des différentes phases minéralogiques et leurs taux respectifs ont été réalisés grâce à une base de don-

Tableau 2 Analyse chimique des échantillons B1 et B2 Table 2

Chemical analysis of samples B1 and B2

Échantillon	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₄	P.F.
B1	58,30%	25,65%	0,79%	1,02%	0,39%	0,32%	3,69%	1,61%	1,03%	7,20%
B2	66,14%	19,60%	0,72%	1,13%	0,32%	0,53%	3,03%	1,25%	0,15%	7,13%

Tableau 3

Analyse minéralogique des échantillons B1 et B2

Table 3

Mineralogical analysis of samples B1 and B2

Minéral	B1	B2	
Illite	56%	52%	
Quartz	28%	32%	
Natrolite	8%	5%	
Jarosite	3%	2%	
Smectite	0%	3%	
Kaolinite	3%	0%	
Plagioclase	2%	2%	

nées *Power diffraction file* compilée (mise au format spécifique au logiciel XP Software d'exploitation des données de la diffraction des rayons X) permettant le dépouillement des diffractogrammes X.

Les résultats obtenus (Tableau 3) montrent la prédominance des illites qui sont les porteurs des propriétés céramiques favorables de ces argiles. Les autres constituants argileux sont en nette minorité et jouent un rôle tout à fait négligeable.

En ce qui concerne la teneur en quartz, elle est très tolérable, d'autant que le quartz peut être facilement digéré par le flux vitreux pendant la cuisson.

Les analyses minéralogiques étant conformes aux analyses chimiques, on peut en déduire que les argiles blanches de la formation de Demja sont très plastiques et peuvent présenter de l'intérêt dans la fabrication des pâtes céramiques, ce qui peut être confirmé par des essais industriels.

2.4. Coulabilité

La coulabilité est la propriété d'une argile à être coulée dans un moule : la dispersion de l'argile dans l'eau forme une barbotine qui va être coulée dans un moule en plâtre qui absorbera l'eau par effet de succion. Après un certain temps, la pâte dans le moule se raffermit et se détache, tout en gardant la forme de celui-ci. Parfois, le mélange d'eau et d'argile forme des flocons. Pour éviter ce phénomène, on ajoute un défloculant, tel le carbonate de sodium Na₂CO₃. Tableau 4

Valeurs de la viscosité en fonction du défloculant : échantillons B1 et B2

Table 4

Viscosity values versus deflocculant: samples B1 and B2

Défloculant (%)	Viscosité (Poise = $g/cm/s$)		
0,31	2500		
0,37	1440		
0,45	840		
0,53	675		
0,61	650		
0,7	588		
0,79	613		
0,91	650		



Fig. 5. Courbe de défloculation : échantillons B1 et B2. Fig. 5. Deflocculation curve: samples B1 and B2.

Dans une barbotine composée de 220 g d'argile et 200 ml d'eau, on ajoute progressivement des quantités croissantes de défloculant; à chaque dosage, on laisse agiter pendant 15 min, puis on mesure la viscosité de la barbotine. Les résultats de cette étude sont présentés dans le Tableau 4 et la Fig. 5.

Au cours de cette étude, il a été constaté qu'à partir de 0,53% du contenu en défloculant, la viscosité est minimale et stable. On peut en déduire que, pour les échantillons d'argiles blanches, B1 et B2 présentent une coulabilité optimale à 0,53% du défloculant.

2.5. Caractéristiques technologiques

La détermination des caractéristiques technologiques a été menée sur les deux échantillons d'argile séchés à 60 °C puis broyés. Le broyage a été effectué par voie humide pendant 4 h, dans un broyeur à boules en porcelaine tournant à 80 tours/min. La qualité du broyage a été contrôlée par une analyse granulométrique. À partir de ces pâtes, séchées et homogénéisées, on a confectionné des briquettes d'essai dont la face supérieure est marquée par deux traits suivant les diagonales qui servent à mesurer le retrait dû au séchage et à la cuisson. Ces briquettes ont été séchées à l'étuve à 110 °C, puis cuites à différentes températures.

2.5.1. Dilatométrie

C'est la méthode thermique dont le principe repose sur l'étude de la dilatation et le retrait d'une pâte portée à différentes températures de cuisson ; les tests sont réalisés sur des briquettes séchées. La montée en température s'est effectuée au rythme de 3 °C/min jusqu'à 1200 °C. La longueur enregistrée entre les deux traits de la briquette est de 10 mm. La formule appliquée pour la détermination des taux de dilatation est :

$$\delta l/l_0 = (l_t - l_0)/l_0$$

avec l_0 la longueur entre les deux traits enregistrés sur la briquette avant cuisson (elle est ajustée à 10 mm), l_t la longueur entre les deux traits enregistrés sur la briquette après cuisson à la température t.

Les résultats obtenus sont donnés sous forme graphique sur la Fig. 6.

L'interprétation que l'on peut en faire est la suivante :

- le segment AB de la courbe correspond à une dilatation du matériau étudié qui s'opère de façon quasi linéaire entre 200 et 700 °C;
- l'intervalle BC indique la fin de la dilatation et l'amorce, à partir de 700 °C, de la contraction. Cette dernière évolue de façon linéaire jusqu'à 950 °C, sous l'effet du frittage qui renseigne sur l'aptitude des grains à réagir entre eux pour devenir cohésifs et se densifier : c'est le début de l'apparition de la phase fusible;
- l'intervalle CD : la phase fusible bien développée permet le frittage complet et la contraction du matériel, c'est le retrait. Au cours de cette phase et vers 1000 °C, il peut y avoir formation de mullite par transformation de l'illite de la pâte d'argile [2];
- le segment DE correspond à la phase de refroidissement et d'achèvement de l'opération de cuisson, il est quasi linéaire.



Fig. 6. Courbe de dilatomètrie des échantillons B1 et B2. Fig. 6. Dilatometry curve of samples B1 and B2.

Entre 950 et 1040 °C, la phase fusible apparaît en grande partie. C'est un intervalle de température moyen (90 °C), pour donner l'occasion aux grains de réagir correctement entre eux et disposer de matériaux qui auront une tenue à la déformation à des hautes températures, ce qui est un atout favorable pour la production céramique.

La courbe de la dilatométrie montre que les argiles de la formation de Demja vont être enfournées jusqu'à une température de 1040 °C.

2.5.2. Résistance mécanique à la flexion (RMF)

La détermination de la résistance en kg \times f/cm² que peut développer la briquette contre la flexion sous l'effet d'une charge appliquée par un appareil de type NETSZH, est donnée par la formule suivante :

$$R(\text{kg} \times \text{f/cm}^2) = P \times 7.5/l \times e \times 2$$

Tableau 5
Résistance mécanique à la flexion des échantillons B1 et B2
Table 5
Mechanical resistance to the flexion of samples B1 and B2

	RMF à 950 °C	RMF à 1000 °C	RMF à 1050 °C	RMF à 1100 °C
Échantillon B1	320	403	735	Matériel cassant
Échantillon B2	352	422	709,5	Matériel cassant
Commentaire	Forte	Forte	Très forte	Matériel cassant

avec R la résistance mécanique à la flexion, P la force en kg \times f qui provoque la rupture de la briquette, l la largeur de la briquette, e l'épaisseur de la briquette.

L'essai a été réalisé sur des briquettes cuites à 950, à 1000, à 1050 et à 1100 °C. Les résultats obtenus sur les deux échantillons étudiés sont consignés dans le Tableau 5.

Comme on pouvait s'y attendre, la résistance mécanique à la flexion augmente avec la vitrification, jusqu'à un certain point où elle est trop élevée et le matériel devient cassant. Pour les deux échantillons, la température 1050 °C représente cette limite à la résistance mécanique à la flexion.

D'après ces résultats, ces argiles sont utilisables dans le domaine de la fabrication des carreaux de sols et des produits sanitaires, sans être rompues ou détériorées par les contraintes locales [16]. Mais il faut toujours comparer avec les valeurs des autres essais technologiques, en particulier l'essai de dilatométrie qui détermine la température de cuisson maximale (1040 °C [même à 1040 °C, la résistance mécanique à la flexion est forte]).

2.5.3. Perte en poids à la cuisson

La diminution du poids de chaque briquette entre le séchage à 110 °C et les différentes températures de cuisson est déterminée selon la formule suivante :

Perte en poids% = $100(m_{110} - m_t)/m_{110}$

avec m_{110} la masse de l'échantillon à 110 °C et m_t la masse de l'échantillon cuit à la température t.

La perte en poids permet seulement de connaître la quantité des produits susceptibles de se décomposer ou de se volatiliser au cours de la cuisson. À 500 °C, le produit perd son eau de constitution. Entre 700 et 900 °C, les réactions suivantes peuvent se produire [12] :

- oxydation de FeO :

FeO
$$(m = 72 \text{ g}) \rightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3 (m = 80 \text{ g})$$

- décomposition des sulfates :

$$2 \operatorname{FeSO}_4 \rightarrow \operatorname{Fe_2O_3} + \operatorname{SO_2} + \operatorname{SO_3}$$

Tableau 6

Perte en poids des échantillons B1 et B2

Table 6

Loss in weight of samples B1 and B2

	950 °C	1000 °C	1050 °C
Perte en poids (%) B1	7	7,2	7,3
Perte en poids (%) B2	6,9	7,13	7,15

- décomposition des nitrates :

 $Pb(NO_3)_2 \rightarrow PbO + 2NO_2 + \frac{1}{2}O_2$

- décomposition des carbonates :

 $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$

Les pourcentages de la perte en poids à des températures de 950, 1000 et 1050 °C sont fournis dans le Tableau 6.

On remarque que la perte en poids est à peu près constante (7%), quelle que soit la température et quel que soit l'échantillon. Ce pourcentage concerne surtout l'eau moléculaire, l'oxydation de FeO et la décomposition des sulfates. Ces pourcentages sont très tolérables, ce qui rend le matériau très rentable pour l'exploitation industrielle.

2.5.4. Retrait à la cuisson

La détermination de la valeur de retrait se fait par l'étude de la variation de la moyenne des longueurs des traits enregistrés sur les briquettes entre le séchage à 110 °C et la cuisson à différentes températures. La formule suivante permet le calcul du retrait à la cuisson :

Retrait à la cuisson (%) = $(L_{110} - L_t/L_{110}) \times 100$

avec L_t la longueur à la cuisson, L_{110} la longueur au séchage à 110 °C.

Les pourcentages du retrait à la cuisson déterminés à des températures de cuisson de 950, 1000 et 1050 °C, sont donnés dans le Tableau 7.

On a constaté que le retrait augmente avec la vitrification du matériel étudié à des températures de cuisson élevées. La diminution du volume du matériel est généralement due à la disparition progressive de la porosité. Tableau 7 Retrait à la cuisson des échantillons B1 et B2 Table 7 Withdrawal with cooking of samples B1 and B2

	950 °C	1000 °C	1050°C
Retrait sur la longueur B1	9%	12%	12%
Retrait sur la longueur B2	10,9%	11,9%	12,1%

Tableau 8

Variation de la couleur des échantillons B1 et B2 avant et après cuisson

Table 8

Color variation of samples B1 and B2 before and after cooking

	Couleur			
	avant cuisson	à 1050 °C	à 1175 °C	
Échantillon B1 Échantillon B2	blanchâtre blanchâtre	Blanc crème Blanc crème	Crème grise Crème grise	

On dit qu'il y a frittage du produit. L'évolution du volume apparent dépend de la dilatométrie qui met en évidence une diminution du volume qui à son tour entraîne une compaction du matériau par disparition des vides intergranulaires.

2.5.5. Couleur après cuisson

À 1050 °C, les briquettes des deux échantillons B1 et B2 ont une couleur très favorable (blanc-crème), mais elle devient foncée avec l'augmentation de la température de cuisson (Tableau 8).

3. Conclusion

L'analyse minéralogique des échantillons B1 et B2, prélevés de la formation de Demja à l'affleurement, indique la présence des illites comme minéral prédominant, du quartz et quelques autres minéraux en traces (natrolite, jarosite, plagioclase...).

L'analyse chimique des échantillons B1 et B2 montre leur faible teneur en Fe₂O₃ (0,72 et 0,79%).

Les essais technologiques ont démontré des propriétés industrielles convenables de ces argiles : avant tout, un intervalle de frittage moyen de 90 °C et une température de cuisson de 1040 °C. La couleur blanc-crème des briquettes cuites à cette même température est très favorable pour un emploi en industrie céramique. La résistance mécanique à la flexion est très forte à 1050 °C, ce qui est un facteur favorable pour l'incorporation de ces argiles dans le domaine de la fabrication des carreaux de revêtement des sols et des produits sanitaires. La perte au feu à 1040 °C est très tolérable (7%). Le retrait à la cuisson, légèrement élevé (12%), peut être corrigé par l'ajout d'un dégraissant (sables, verre broyé, chamottes, feldspaths, pegmatites ou autres substances à caractère non hydraulique).

En définitive, les argiles de la formation ordovicienne de Demja faisant partie de l'anticlinal de Jbel Kharrou, dans le massif des Rehamna, peuvent être considérées comme argile plastique ou grésante pouvant trouver application dans l'industrie céramique.

Références

- A.G.S. minéraux, Fiche technique, Leader européen pour la production d'argiles calcinées, Clerac, France, 2002 (1 p.).
- [2] D. Bernache-Assollant, Chimie physique du frittage, Éditions Hermès, Paris, 1993.
- [3] J. Destombes, L'Ordovicien du Maroc. Essai de synthèse stratigraphique, in : Colloque Ordovicien-Silurien, Mém. Bur. Rech. Géol. Min. 73 (1971) 237–263.
- [4] J. Destombes, A. Jeannette, Le gisement de terre à faïence de Taghjicht (Jbel Bani occidental), Rapport SEGM n° 513, Rabat, Maroc, 1956 (document non publié).
- [5] J. Destombes, J.-C. Guezou, C. Hoeppfner, P. Jenney, A. Piqué, A. Michard, Le Primaire du massif des Rehamna, problèmes de stratigraphie des séries métamorphiques, Notes Mém. Serv. Géol. Maroc 303 (1982) 35–70.
- [6] A. El Khachani, Étude des faciès argileux du Paléozoïque et du Trias dans la région de Benhmed (Chaouia Sud), Rapport SEGM n° 1147 SRI, Maroc, 1987 (document non publié).
- [7] A. El Khachani, Étude des argiles céramiques dans les formations paléozoïques de quelques régions du domaine mésétien, Rapport SEGM n° 1210 SRI, Service des roches industrielles, Maroc, 1996.
- [8] Ferd. Lietti SA, Guide de la céramique, Normes et caractéristiques techniques, Sion & Monthey, Suisse, 2004 (11 p.).
- [9] M. Gigout, Études géologiques sur la Meseta marocaine occidentale, Notes Mém. Serv. Géol. Maroc 86 (1951) (507 p.).
- [10] C. Hoepffner, Contribution à la géologie structurale des Rehamna (Meseta marocaine méridionale), le matériel paléozoïque et son évolution hercynienne dans l'Est du massif, thèse de 3^e cycle, université Louis-Pasteur, Strasbourg, 1974 (92 p.).
- [11] Ikaya, Fiche technique, Centre de traitement et usine, Salé, Maroc, 2004, pp. 1–4.
- [12] P. Lefort, Analyse élémentaire d'une argile, ENSCI, Limoges, France, 1988, pp. 11–12.
- [13] A. Malecha, Les argiles céramiques siluriennes de Taghjicht (Bani plissée), Rapport BRPM DT DEM AAOPS, Maroc, 1985 (47 p.).
- [14] J.-P. Mazéas, Gisements d'argiles à faïence dans le Silurien de Taghjicht (Bani plissée), Rapport SEGM n° 2 Oua, Marrakech, Maroc, 1962 (document non publié).
- [15] A. Michard, Le massif paléozoïque des Rehamna (Maroc), Stratigraphie, tectonique et pétrogenèse d'un segment de la chaîne varisque, Introduction générale, Notes Mém. Serv. Géol. Maroc 303 (1982) 7–11.
- [16] Minera Sabater, Fiche technique, Centre de traitement et laboratoire, Teruel, Espagne, 2003, pp. 1–6.