

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

BADJI MOKHTAR-ANNABA UNIVERSITY

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR-ANNABA



جامعة باجي مختار-عنابة

Faculté des Sciences de la Terre

Département de Géologie

THÈSE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de
Doctorat ès Sciences en géologie

**Caractérisation géologique, minéralogique et géochimique des
argiles des formations du versant sud du massif des Aurès.
Conséquences paléogéographiques et intérêts commerciaux**

Géologie Minière

Par

LAMOURI Bachir

PRÉSIDENT	: LAOUAR Rabah	Pr. U.B.M. Annaba
DIRECTEUR DE THÈSE	: BOUABSA Lakhdar	Pr. U.B.M. Annaba
CO- DIRECTEUR DE THÈSE	: CHOUABBI A / Madjid	Pr. U.B.M. Annaba
EXAMINATEUR	: CHEBBAH Mohamed	Pr. C.U. Mila
EXAMINATEUR	: KHIARI Abdelkader	Pr. U.L.B.M. Oum El Bouaghi
EXAMINATEUR	: DJAIZ Fouad	MC. U. H. L. Batna 2
INVITÉE	: FAGEL Nathalie	Pr. ULg Belgique

Avril 2017

Résumé

Le présent travail a pour objectif de cartographier, de caractériser et de définir les potentialités industrielles des argiles Miocène à Eocène de la région de Biskra - Atlas Saharien Algérie-. Pour cela, une campagne d'échantillonnage à l'affleurement a été effectuée à travers ces formations. Les échantillons récoltés ont été préparés puis analysés par les différentes méthodes d'analyse classiques à savoir par diffraction des rayons X (XRD), Fluorescence X (XRF), Spectroscopie Infrarouge (FTIR) et Microscopie Électronique à Balayage (MEB). Les échantillons potentiels ont fait l'objet d'analyses complémentaires par granulométrie laser, essais géotechniques, essais physicochimiques et essais de valorisation par adsorption du cuivre.

Les résultats obtenus ont révélé une diversité dans le cortège argileux contrôlée par des facteurs paléogéographiques propres à chaque bassin, ce qui a permis de répartir les échantillons selon quatre groupes. Le premier groupe comporte les argiles d'âge miocène moyen. Elles sont constituées de plus de 50% de fraction fine ($< 2 \mu\text{m}$) à dominance de beidellite accompagnée essentiellement de kaolinite, d'illite, et de chlorite. Le second groupe représente les marnes d'âge miocène inférieur. Constituées de 40% de fraction fine, elles se caractérisent par la prépondérance de palygorskite liée à de l'illite, kaolinite, smectite et minéraux interstratifiés qui complètent l'assemblage argileux. Le troisième groupe représente les argiles marno gréseuses d'âge miocène supérieur du synclinal de Rhassira dont la fraction fine est de l'ordre de 28 à 59%, caractérisée par une prépondérance de la palygorskite accompagnée d'illite, de chlorite, de smectite et de kaolinite. Le dernier groupe se compose des formations de l'éocène moyen et sont représentées par des marnes du synclinal d'El Kantara, avec seulement 35% de fraction argileuse, dominée équitablement par la smectite et la palygorskite accompagnées de traces d'illite.

L'essai de valorisation des argiles brutes du premier groupe, considérées comme les plus potentielles dans le domaine des matériaux de construction selon le diagramme de Winkler a donné un résultat négatif et leur utilisation est subordonnée à un traitement préalable par ajout d'un dégraissant. Par contre leur valorisation par l'essai d'adsorption du cuivre a montré que la cinétique de fixation est très rapide et que ces argiles ont un pouvoir adsorbant très performant.

Mots clés: Biskra, Atlas Saharien, Miocène, Eocène, Winkler, fixation, cuivre.

Abstract

This work is designed to map, characterize and define the industrial potential of clays Miocene to Eocene in the region of Biskra - Saharan Atlas Algeria-. To do this, an outcrop sampling campaign was made through these courses. The collected samples were prepared and analyzed by different classical analytical methods namely by x-ray diffraction (XRD), Fluorescence (XRF), infrared spectroscopy (FTIR) and electronic microscopy in scanning (SEM). Potentials samples were the subject of further analysis by particle size laser, geotechnical tests, chemical tests and tests of recovery by adsorption of copper

The results revealed diversity in clay procession controlled by Paleogeographic factors specific to each basin, allowing to classify samples into four groups. The first group includes the Middle age Miocene clays, which consist of more than 50% of fine fraction ($< 2\mu\text{m}$) dominated by beidellite accompanied mostly by kaolinite, illite, and chlorite.

The second group represents the marls of lower age Miocene. Consisting of 40% of fine fraction, they are characterized by the preponderance of Palygorskite associated by illite Kaolinite, smectite and interstratified minerals that complement the clay gathering. The third group includes the upper age Miocene represented by clay marl sandstone of the synclinal of Rhassira where the fraction fine is about 28% to 59% characterized by a preponderance of the palygorskite accompanied by illite chlorite, smectite and Kaolinite. The last group consists of formations of the Middle Eocene represented by marls of el Kantara Syncline, with only 35% of clay fraction, predominated fairly by smectite and Palygorskite accompanied by traces of the illite.

Test of valuation of raw clays of the first group considered to be the most potential in the field of materials of construction according to the diagram of Winkler gave a negative result and their use is subject to prior treatment with a degreasing agent added. However their valuation by the adsorption of copper test showed that the kinetics of fixation is very fast and that these clays have a high adsorbing power.

Key words: Biskra, Saharan Atlas, Miocene, Eocene, Winkler, fixing, copper

المخلص

يهدف هذا العمل إلى تعيين ووصف وتحديد المميزات الصناعية لطين الميوسين و الإيوسين لمنطقة بسكرة – الاطلس الصحراوي- الجزائر لهذا، تم تنفيذ حملة أخذ العينات عبر كل انواع الصخور الظاهرة على السطح، العينات المأخوذة والتي تم جمعها، تم إعدادها و تحليلها بالطرق التقليدية المختلفة التي تتمثل في الاشعة السينية، (XRD)، الأشعة تحت الحمراء (FTIR)، المجهر الإلكتروني (MEB). العينات ذات الاهمية خضعت لمزيد من التحليل التكميلية عن طريق التحليل الحبيبي بأشعة الليزر، والاختبارات الجيوتقنية، الفيزيائية والكيميائية واختبار التثمين في مجال امتصاص النحاس

أظهرت النتائج وجود تباين في مكونات الطين والتي لها علاقة مباشرة بالعوامل الجغرافية الخاصة بكل حوض ترسب والتي بدورها ساعدت في توزيع العينات إلى أربع مجموعات. تضم المجموعة الأولى طين الميوسين المتوسط المتكون بأزيد من 50٪ من الحبيبات الدقيقة الطينية التي يهيمن عليها وجود البيدليت المرفق أساسا بالكولنيت، الإليت، والكلوريت وتمثل المجموعة الثانية صخور المارن لعصر الميوسين السفلي. المتشكلة بنسبة 40٪ من من الحبيبات الدقيقة الطينية المتميزة بهيمنة الباليغورسكيت المرتبطة بوجود الإليت، الكاولينيت، السمكتيت والمعادن البيئية المصفوفة التي تتم بقية التركيبة وتتكون المجموعة الثالثة من تشكيلات الميوسين الأعلى المتكونة من الطين المارني الرملي لمقعر غاسيرة المتميز بنسبة 28٪ إلى 59٪ من الحبيبات الدقيقة الطينية والتي يغلب عليها وجود الباليغورسكيت مصحوبة بالإليت، الكلوريت، السمكتيت و الكولنيت. المجموعة الأخيرة المثلة بمكونات الإيوسين المتوسط المشكلة من مارن مقعر القنطرة المكون من 35٪ فقط من نسبة الطين الموزعة بالتساوي بين الباليغورسكيت و السمكتيت متبوعة بآثار للإليت .

اختبارات التثمين التي أجريت على عينات الطين الخام من المجموعة الأولى والتي تعتبر الأكثر أهمية في مجال مواد البناء وفقا للمخطط وينكلار أعطت نتيجة سلبية واستخدامها يخضع للمعالجة المسبقة بإضافة الرمل. ولكن بالعكس اختبار امتصاص النحاس أظهر أن عملية الامتصاص تتم بطريقة سريعة وأن هذه الطين لديها خاصية امتصاص فعالة جدا.

الكلمات المفتاحية: بسكرة، الاطلس الصحراوي، ميوسين، أيوسين، وينكلار، امتصاص، النحاس.

Liste des figures

N°	Titre	Page
01	Localisation des principaux ensembles géomorphologiques du Nord de l'Algérie et de la Tunisie	02
02	Situation géographique de la zone d'étude	03
03	Extrait de la carte géologique de l'Aurès	07
04	Le Jurassique dans le massif des Aurès « Djebel Azreg »	09
05	Crétacé des Aurès	13
06	Le Crétacé supérieur et tertiaire basal dans le secteur de M'Chouneche-Zemra (Nord des Aurès)	15
07	Coupes descriptives du Paléogène à travers Oued El Abiod, du NE au SW	17
08	Essai de corrélation dans l'Eocène entre El Kantara et Djebel Rheliss	18
09	Le massif de l'Aurès-schéma structural et coupes géologiques	27
10	Anticlinal de l'Ahmar Khaddou et Dj. Rheliss	28
11	Tracé schématique de la flexure Sud Atlasique	30
12	Diapir de Sel d'El-Outaya	31
13	Représentation d'un feuillet tétraédrique	35
14	Représentation d'un feuillet octaédrique	36
15	Structure générale des phyllosilicates	36
16	Classification générale des minéraux argileux,	39
17	Structure d'un minéral de type 1:1 (cas de la kaolinite)	40
18	Classification des minéraux argileux du sous-groupe (Te - Oc)	40
19	Représentation schématique de l'empilement des tétraèdres et des octaèdres d'un minéral de type 2:1: cas de l'illite	41
20	Représentation schématique de l'empilement des tétraèdres et des octaèdres d'un minéral de type 2:1: cas de la montmorillonite	42
21	Classification des minéraux argileux avec couches trioctaédriques du sous-groupe (Te -Oc -Te)	42
22	Classification des minéraux argileux avec couches octaédriques du sous-groupe (Te -Oc -Te)	43
23	Représentation schématique de l'empilement des tétraèdres et des octaèdres d'un minéral de type 2:1:1 : cas de la chlorite	44
24	exemple de minéraux interstratifiés	46
25	Les minéraux interstratifiés les plus fréquents	46
26	La structure de la sépiolite	47
27	La structure de la palygorskite	48

28	L'aspect fibreux ou en latte de la palygorskite et de la sépiolite	48
29	Localisation des sites d'étude	52
30	Carte d'échantillonnage	53
31	Carte géologique du synclinal d'El Kantara. «Extraite de la carte géologique d'El Kantara	55
32	Carte géologique de la terminaison méridionale du synclinal de Rhassira	57
33	Carte géologique du bassin d'El Outaya. «Extraite de la carte géologique d'El Kantara»	59
34	Représentation générale du principe de la diffraction des rayons X.	64
35	Définition de l'espace basal à 10Å pour une illite	64
36	Facteurs correctifs	72
37	Méthode de calcul de la surface spécifique	76
38	Principe de l'analyse chimique par fluorescences X (XRF)	82
39	Diffractionogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge éocène moyen (Synclinal d'El Kantara)	87
40	Diffractionogramme de poudre d'un échantillon d'âge éocène moyen (Synclinal d'El Kantara)	87
41	Cortège argileux des formations de l'Eocène moyen du synclinal d'El Kantara	88
42	Minéraux non argileux des formations de l'Eocène moyen du Synclinal d'El Kantara	88
43	Diffractionogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge éocène moyen (Rhoufi)	89
44	Diffractionogramme de poudre d'un échantillon d'âge éocène moyen (Rhoufi)	89
45	Cortège argileux des formations d'âge éocène moyen (Ghoufi)	89
46	Minéraux non argileux des formations d'âge éocène moyen (Ghoufi)	89
47	Diffractionogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge miocène Inf. (m ²) (Hammam Sidi El Hadj)	90
48	Diffractionogramme de poudre d'un échantillon d'âge miocène Inf. (m ²) (Hammam Sidi El Hadj)	90
49	Cortège argileux des formations d'âge miocène Inf. (m ²) (Hammam Sidi El Hadj)	91
50	Minéraux non argileux des formations d'âge miocène Inf. (m ²) (Hammam Sidi El Hadj)	91
51	Diffractionogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge miocène moyen (m ³) Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)	92
52	Diffractionogramme de poudre d'un échantillon d'âge miocène moyen (m ³) Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)	92
53	Cortège argileux des formations d'âge miocène moyen (m ³) Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)	92
54	Minéraux non argileux des formations d'âge miocène moyen (m ³) Bassin d'El Outaya	92

	(El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)	
55	Diffractionnogramme d'une lame d'un échantillon d'âge miocène moyen sommital (m ⁴) Bassin d'El Outaya (Guedila)	93
56	Diffractionnogramme de poudre orientée d'un échantillon d'âge miocène moyen sommital (m ⁴) Bassin d'El Outaya (Guedila)	93
57	Cortège argileux des formations d'âge miocène moyen sommital (m4) Bassin d'El Outaya (Guedila)	94
58	Minéraux non argileux des formations d'âge miocène moyen sommital (m4) Bassin d'El Outaya (Guedila)	94
59	Diffractionnogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge Miocène supérieur (Baniane)	95
60	Diffractionnogramme de poudre d'un échantillon d'âge Miocène supérieur (Baniane)	95
61	Cortège argileux des formations d'âge Miocène supérieur (Baniane)	95
62	Minéraux non argileux des formations d'âge Miocène supérieur (Baniane)	95
63	Spectres long des échantillons des formations argileuses des différents étages géologiques	96
64	Diffractionnogrammes d'un échantillon d'âge miocène moyen (Bassin de Loutaya) préparé selon la procédure Li- saturation	97
65	Diffractionnogrammes d'un échantillon de formation argileuse d'âge miocène Inf. (Bassin d'El Outaya) préparé selon la procédure Li- saturation	98
66	Diffractionnogrammes d'un échantillon de formations argileuses d'âge Eocène moyen (El Kantara) préparé selon la procédure Li- saturation	98
67	Diffractionnogrammes d'un échantillon de formations argileuses d'âge Miocène supérieur (Baniane) préparé selon la procédure Li- saturation	98
68	Spectres FTIR des échantillons des formations argileuses de l'Eocène moyen (El Kantara)	103
69	Spectres FTIR des échantillons des formations de l'Eocène moyen (Ghoufi)	103
70	Spectres FTIR des échantillons des formations argileuses du Miocène moyen	104
71	Spectre FTIR des échantillons des formations Miocène supérieur (Baniane)	104
72	Spectre EDAX d'un cristal de gypse (plage sur la photo 17)	108
73	Spectre EDAX (voir la photo. 23)	111
74	Courbes granulométriques "tous secteurs confondus"	115
75	Courbes granulométriques des échantillons de l'Eocène moyen (El Kantara)	115
76	Courbe granulométrique des échantillons de l'Eocène moyen (Ghoufi)	115
77	Courbes granulométriques des échantillons du Miocène moyen	116
78	Courbe granulométrique des échantillons du Miocène supérieur (Baniane)	116

79	Classification des échantillons selon le diagramme de Casagrande	117
80	Précipitation du cuivre en fonction du pH	126
81	Adsorption du cuivre par la beidellite en fonction du pH	126
82	Adsorption du cuivre par la palygorskite en fonction du pH	127
83	Adsorption du cuivre par la beidellite en fonction du temps.	128
84	Adsorption du cuivre par la palygorskite en fonction du temps.	128
85	Adsorption du cuivre en fonction de la quantité de la beidellite	129
86	Adsorption du cuivre en fonction de la quantité de la palygorskite	129
87	Histogrammes de la composition minéralogique des formations argileuses d'âge miocène moyen	132
88	Courbes granulométriques des différentes fractions argileuses	132
89	Classification des échantillons selon le diagramme Winkler	138
90	Diffractogrammes suivant les classes granulométriques des formations argileuses d'El Kantara.	140
91	Principaux facteurs de l'altération : climat, roche-mère et topographie	146
92	Différentes origines des kaolinites	148
93	Origines de la palygorskite et de la sépiolite	149
94	Différentes origines des smectites	150
95	Diffractogrammes d'un échantillon d'argile d'âge Miocène Moyen (Bassin d'El Outaya) préparé selon la procédure K- saturation	151
96	Diffractogrammes d'un échantillon d'âge Miocène inférieur (Bassin d'El Outaya) préparé selon la procédure K- saturation	151
97	Diffractogrammes d'un échantillon d'âge Miocène supérieur (Synclinal Rhassira) préparé selon la procédure K- saturation	152
98	Diffractogrammes d'un échantillon d'âge Eocène moyen (Synclinal El Kantara) préparé selon la procédure K- saturation	152
99	Transformation de la palygorskite en smectite	153
100	Variation lithologique des faciès suivant un profil W-E, secteur Rhoufi	156
101	Variation lithologique des faciès suivant un profil SW-NE, secteur Rhoufi	156
102	Évolution des assemblages argileux (de l'Eocène moyen au Miocène supérieur)	163
103	Évolution de la composition minéralogique totale des argiles (de l'Eocène moyen au Miocène supérieur)	164

Liste des planches photographiques

N°	Titre	Page
01	Affleurement des marnes rouges d'âge éocène moyen d'El Kantara	54
02	Affleurement de la couche de la Palygorskite de Rhoufi	57
03	Affleurement des marnes rouges d'âge miocène inf. de Hammam sidi El Hadj	58
04	Affleurement des argiles vertes d'âge miocène moyen de Fontaine des Gazelles	60
05	Affleurement des argiles brunes d'âge miocène moyen sommital de Guedila	60
06	Affleurement des argiles marneuses rouges d'âge miocène Sup. de Baniane	61
07	Photo du diffractomètre de type "Brucker D8-Advance"	65
08	Photo représentant les préparations désorientées des argiles pour analyse à la DRX (méthode back-side)	66
09	Préparation des lames orientées	69
10	Schéma du dispositif de distillation	78
11	Photo d'un spectromètre infrarouge de type Nicolet NEXUS	79
12	Granulomètre Laser Malvern Mastersizer 2000.	80
13	Appareil de Casagrande (calcul de la limite de liquidité(W_L))	83
14	Méthode des rouleaux (calcul de la limite de plasticité(W_P))	83
15	Photo MEB. montrant l'abondance des minéraux non argileux au détriment de la fraction argileuse	106
16	Photo MEB. agrandissement de la photo15, montrant des rosettes de smectite et des fibres de palygorskite	107
17	Photo MEB., montrant des rosettes de smectite et des fibres de palygorskite tapissant un cristal de gypse	107
18	Photo MEB. montrant l'abondance des rosettes de smectite entourées de fibres de palygorskite	108
19	Photo MEB. montrant les bordures d'une rosette de smectite à aspect fibreux tapissées par des fibres de palygorskite	109
20	Photo MEB. montrant l'aspect fibreux de palygorskite	110
21	Photo MEB. montrant la finesse des fibres de palygorskite	110
22	Photo MEB. montrant La structure fibreuse typique de la palygorskite (agrandissement de la photo 22)	111
23	Photo MEB. montrant l'empilement des feuillets de smectite	112
24	Photo MEB. montrant la structure lamellaire des particules de la smectite	112
25	Photo MEB. montrant la structure lamellaire en rosette des particules de la smectite	113
26	Photo MEB. montrant des feuillets isolés d'une particule de smectite	113

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
01	Historique du découpage lithostratigraphique du Néogène dans l'Atlas saharien et les régions voisines	22
02	Classification des minéraux argileux du sous-groupe (Te-Oc-Te-Oc),	45
03	Facteurs correctifs appliqués pour l'estimation quantitative	69
04	Effet des traitements (éthylène glycol et chauffage) sur la position des réflexions	70
05	Effet des traitements sur la position des réflexions (cas des interstratifiés)	71
06	Cortège argileux des formations d'âge éocène moyen (Synclinal d'El Kantara)	87
07	Minéraux non argileux des formations d'âge éocène moyen (Synclinal d'El Kantara)	87
08	Cortège argileux des formations d'âge éocène moyen (Synclinal de Rhassira-Rhoufi)	88
09	Minéraux accessoires (non argileux) des formations d'âge éocène moyen (Synclinal de Rhassira-Rhoufi)	88
10	Cortège argileux des formations d'âge miocène Inf. (m ²) (Hammam Sidi El Hadj)	90
11	Minéraux accessoires (non argileux) des formations d'âge miocène Inf. (m ²) (Hammam Sidi El Hadj)	90
12	Cortège argileux des formations d'âge miocène moyen (m ³) Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)	91
13	Minéraux non argileux des formations d'âge miocène moyen (m ³) Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)	92
14	Cortège argileux des formations d'âge miocène moyen sommital (m ⁴) Bassin d'El Outaya (Guedila)	93
15	Minéraux non argileux des formations d'âge miocène moyen sommital (m ⁴) Bassin d'El Outaya (Guedila)	93
16	Cortège argileux des formations d'âge miocène supérieur (Baniane)	94
17	Minéraux non argileux des formations d'âge miocène supérieur (Baniane)	95

18	Composition chimique des formations argileuses (Synclinal d'El Kantara)	99
19	Composition chimique des formations argileuses (Synclinal de Rhassira- Rhoufi-)	99
20	Composition chimique des formations argileuses (Bassin d'El Outaya -Hammam Sidi El Hadj-)	100
21	Composition chimique des formations argileuses (Bassin d'El Outaya -El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila-)	101
22	Composition chimique des formations argileuses (Synclinal de Rhassira -Baniane-)	101
23	Valeurs de la surface spécifique (SS) et la capacité d'échange cationique (CEC)	105
24	Valeurs de la capacité d'échange cationique et de la surface spécifique des minéraux argileux fréquents	105
25	Répartition granulométrique des échantillons	114
26	les limites d'Atterberg (Limite de liquidité (W_L), Limite de plasticité (W_P) et Indice de plasticité(I_p))	117
27	différents domaines d'utilisation des argiles	122
28	Les différentes utilisations de la palygorskite	124
29	valeurs de la capacité d'échange cationique et la surface spécifique	132
30	Les limites d'Atterberg	133
31	Seuils granulométriques optimaux des matériaux en céramique	134
32	Les principales conséquences liées à la minéralogie de l'argile	135
33	Limites admissibles d'utilisation des argiles en céramique	136
34	Distribution granulométrique des échantillons	137
35	Plages des limites d'Atterberg exigées pour les briques de terre cuite	139
36	L'effet des dégraissants sur les propriétés des produits en terre cuite	139
37	Données de sondages (Synclinal de Rhassira -Rhoufi-)	157

Dédicace

*A la mémoire de mon très cher Père
El hadj Ahmed*

Puisse le Tout Puissant l'accueille en son vaste paradis n'challah

À ma mère

À ma femme

À mes fils

À mes frères et sœurs

À tous ceux qui me sont chers

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à mon directeur de thèse le Prof. BOUABSA Lakhdar, qui m'a accordé sa confiance et d'avoir accepté de diriger mon travail avec une remarquable compétence et un sens d'encadrement peu commun.

Mes sincères remerciements s'adressent également à mon co-directeur de thèse le Prof. CHOUABBI A/Madjid, pour ses orientations et son soutien illimité au cours de ces longues années de travaux de thèse

J'exprime ici toute ma reconnaissance envers la prof. Nathalie FAGEL (directrice de l'unité de recherche AGEs Dept de Géologie Ulg Belgique) pour l'opportunité et l'honneur qu'elle m'a accordé en m'accueillant au sein de son unité de recherche et pour l'intérêt qu'elle a manifesté pour ce travail. Ces conseils constructifs, son soutien absolu m'ont permis d'avancer et de mener à bien ce modeste travail.

Je tiens à remercier vivement le Pr. LAOUAR Rabah d'avoir accepté de présider cet honorable jury de thèse.

Mes vifs remerciements vont également aux Pr. CHEBBAH Mohamed, le Pr. KHIARI Abdelkader et le Dr. DJAIZ Fouad pour leur présence dans ce jury et d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer mon travail

Mes remerciements vont à l'ensemble des docteurs et doctorants, membres de l'unité de recherche : Argiles, Géochimie et Environnement Sédimentaires Dept de Géologie Ulg Belgique et en particulier Dr.JR.Mache, Dr .Mariem, Dr. Mohamed, Mechat, Salah, Habiba et Ali avec qui j'ai partagé des moments inoubliables sans oublier Joëlle et Mariella, secrétaires de département de géologie

Je tiens à remercier profondément Joël Otten pour ses aides et ses précieuses orientations au cours de tous mes travaux de laboratoire, il a laissé une empreinte dans chaque échantillon analysé

Mes sincères remerciements vont aussi aux personnels des autres laboratoires à qui j'ai fait appel et en particulier Anne Iserentant ((Earth and Life Institute) Université Catholique de Louvain - La Neuve), René Vandezande (laboratoire de Geotechnologie Ulg,) Raphaël Closset, pierre.colson, Bénédicte Vertruyen Magali Brisbois (département de chimie, Ulg) et Delmelle Nicolas (Laboratoire de chimie Dept de Géologie, Ulg)

Enfin, je désire témoigner ma reconnaissance à toutes les Personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

Table des matières

RESUME	I
Liste des figures.....	IV
Liste des planches photographiques.....	VIII
Liste des tableaux.....	IX
Dédicace.....	XI
Remerciements.....	XII
Table des matières	XIII
Introduction générale	01
Situation géographique	02

Première partie : Revue Bibliographique

I. CADRE GEOLOGIQUE REGIONAL

I.1. La lithostratigraphie	06
I.1.1. Le Mésozoïque	06
I.1.1.1. Le Trias	06
I.1.1.2. Le Jurassique	08
I.1.1.2.1. Le Jurassique moyen et inférieur	08
I.1.1.2.2. Le Jurassique supérieur	08
I.1.1.3. Le Crétacé	10
I.1.1.3.1. Le Crétacé inférieur	10
I.1.1.3.2. Le Crétacé supérieur	11
I.1.2. Le Cénozoïque	14
I.1.2.1. Le Paléogène	14
I.1.2.2. Le Néogène	19
I.1.3. Le Quaternaire	23
I.1.4. Conclusion et Synthèse paléogéographique de l'Aurès	24

I.2. La Tectonique.....	26
I.2.1. Les Plissements.....	26
I.2.2. Les cassures et flexures.....	28
I.2.3. Les pointements triasiques.....	30

II. DEFINITIONS, STRUCTURES ET CLASSIFICATION DES MINERAUX ARGILEUX

II.1. Structure de base des minéraux argileux.....	35
II.2. Formule générale des minéraux argileux.....	36
II.3. Critères de classification des minéraux argileux.....	37
II.4. Les différents types de minéraux argileux.....	37
II.5. Nomenclature des minéraux argileux.....	39
II.5.1. Les Monophyllites.....	39
II.5.2. Les Polyphyllites.....	45
II.5.3. Minéraux à pseudo-feuillets à faciès fibreux.....	47

Deuxième partie : Matériels & Méthodes

III. MATERIELS

III.1. Les formations argileuses de l'Eocène moyen.....	54
III.1.1. Synclinal d'El Kantara).....	54
III.1.2. Synclinal de Rhassira (Ghoufi).....	56
III.2. Les formations argileuses du Miocène inférieur.....	58
III.2.1. Bassin d'El Outaya (Hammam Sidi El Hadj).....	58
III.3. Formations argileuses du Miocène moyen (m³ & m⁴)	58
III.3.1. Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila).....	58
III.4. Les formations argileuses du Miocène supérieur	61
III.4.1. Synclinal de Rhassira (Baniane)	61

IV .METHODES

IV.1. La diffraction des rayons X. (XRD).....	63
IV.2. Calcul de la surface spécifique (Ss).....	73
IV.3. Capacité d'échange cationique (CEC).....	77
IV.4. Spectrométrie infrarouge (IR).....	78
IV.5. Analyse granulométrique.....	79
IV.6. Étude au microscope électronique à balayage (MEB).....	81
IV.7. Analyse chimique par fluorescence X (XRF).....	81
IV.8. Les limites d'Atterberg.....	82
IV.9. Essais de valorisation (Essais d'adsorption).....	83

Troisième partie : Résultats & Discussion

V. RESULTATS

V.1. Caractérisation minéralogique.....	86
V.1.1. Formations argileuses d'âge Éocène moyen.....	86
V.1.1.1. Synclinal d'El Kantara.....	86
V.1.1.1. Synclinal de Rhassira (Rhoufi).....	88
V.1.2. Formations argileuses du Miocène inférieur.....	89
V.1.2.1. Bassin d'El Outaya (Hammam Sidi El Hadj).....	89
V.1.3. Formations argileuses du Miocène moyen (m ³ & m ⁴).....	91
V.1.3.1. Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila).....	91
V.1.4. Formations argileuses du Miocène supérieur.....	94
V.1.4.1. Synclinal de Rhassira (Baniane).....	94
V.1.5. Confection des spectres longs.....	96
V.1.6. Préparation des lames orientées selon la procédure de "Li- saturation"	97
V.1.6.1. Abondance relative de la montmorillonite et de la beidellite.....	97

V.2. Caractérisation physicochimique.....	99
V.2.1. Analyse chimique.....	99
V.2.1.1. Formations argileuses d'âge éocène moyen.....	99
V.2.1.1.1. Synclinal d'El Kantara.....	99
V.2.1.1.2. Synclinal de Rhassira (Rhoufi).....	99
V.2.1.2. Formations argileuses du Miocène inférieur.....	100
V.2.1.2.1. Bassin d'El Outaya (Hammam Sidi El Hadj).....	100
V.2.1.3. Formations argileuses du Miocène moyen (m³ & m⁴).....	100
V.2.1.3.1. Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila).....	100
V.2.1.4. Formations argileuses du Miocène supérieur.....	101
V.2. 1.4.1. Synclinal de Rhassira (Baniane).....	101
V.2.2. Analyse par Infrarouge.....	102
V.2.3. Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC)	
et de la surface spécifique (SS).....	105
V.2.4. Analyse morpho structurale.....	106
V.2.5. Analyse granulométrique.....	114
V.2.6. Les limites d'Atterberg.....	116

VI. DISCUSSION

VI.1. Domaines d'application.....	120
VI.1.1. Domaines d'étude.....	120
VI.1.1.1. Quelques utilisations industrielles des argiles.....	121
VI.1.2. Aptitudes des argiles d'âge miocène moyen dans le domaine d'adsorption.....	125
VI.1.3. Aptitude des Argiles pour leur utilisation comme barrière argileuse	
dans les projets de CET.....	130
VI.1.4. Aptitude pour la fabrication des briques	133
VI.1.5. Essai de valorisation des marnes du synclinal d'El Kantara	139

VI.2. Signification paléogéographique	142
VI.2.1. Genèse des minéraux argileux	142
VI.2.2. Processus d'altération de la roche source.....	144
VI.2.3. Origines et milieux d'occurrence des minéraux argileux paléo traceur	146
VI.2.3.1. Origine de la kaolinite.....	147
VI.2.3.2. Origine de la palygorskite.....	148
VI.2.3.3. Origine des smectites.....	149
VI.2.3.4. Origine des minéraux argileux ubiquistes ('illite, chlorite et interstratifiés).....	153
VI.2.4. Interprétations paléogéographiques.....	154
VI.2.4.1. Eocène moyen (Synclinal d'El Kantara).....	154
VI.2.4.2. Eocène moyen (Synclinal de Rhassira-Rhoufi).....	155
VI.2.4.3. Miocène inférieur.....	158
VI.2.4.4. Miocène moyen –supérieur.....	159
VI.2.4.5. Miocène supérieur.....	161
VI.2.5. Paléogéographie du secteur d'étude.....	161
Conclusion générale et recommandations	166
Références Bibliographiques.....	169
Annexes.....	175

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Parmi les substances naturelles solides les plus abondantes, on trouve la matière argileuse, souvent disponible à ciel ouvert et peu onéreuse. Elle a fait l'objet de nombreuses études, fondamentales et appliquées, pour son intérêt scientifique (paléogéographie, paléoclimatologie,...) et pour ses propriétés spécifiques, comme le durcissement à la chaleur, la capacité de former des suspensions colloïdales, le pouvoir absorbant et adsorbant, gonflement, capacité d'échange ionique, propriétés colloïdales, faible perméabilité et forte plasticité.

C'est la sollicitation d'une ou de plusieurs de ces propriétés qui justifie l'emploi des argiles dans les nombreuses applications industrielles (liant, céramique, décolorant, dépolluant, stockage des déchets radioactifs, des déchets ménagers et industriels, cosmétiques et médicaments) et la poursuite des recherches en vue de nouvelles utilisations.

Comme l'utilisation de n'importe quel type d'argile passe préalablement par sa caractérisation et sachant que les bassins du versant sud des Aurès sont caractérisés par l'abondance des formations argileuses non étudiées, et dont une partie est utilisée d'une manière traditionnelle comme matière première pour la fabrication de la brique creuse. Ceci nous a motivé à entamer cette recherche qui s'inscrit dans le cadre de la valorisation des ressources minérales locales. Elle a pour but la caractérisation de ces formations et la délimitation des sites potentiels pour une utilisation appropriée.

Le manuscrit que nous présentons se compose de trois (03) parties réparties en 07 chapitres :

La première partie est organisée en deux chapitres :

Le premier a été consacré à la présentation du cadre géologique et paléogéographique régional de l'Aurès. Le second a été consacré à une revue bibliographique sur les minéraux argileux

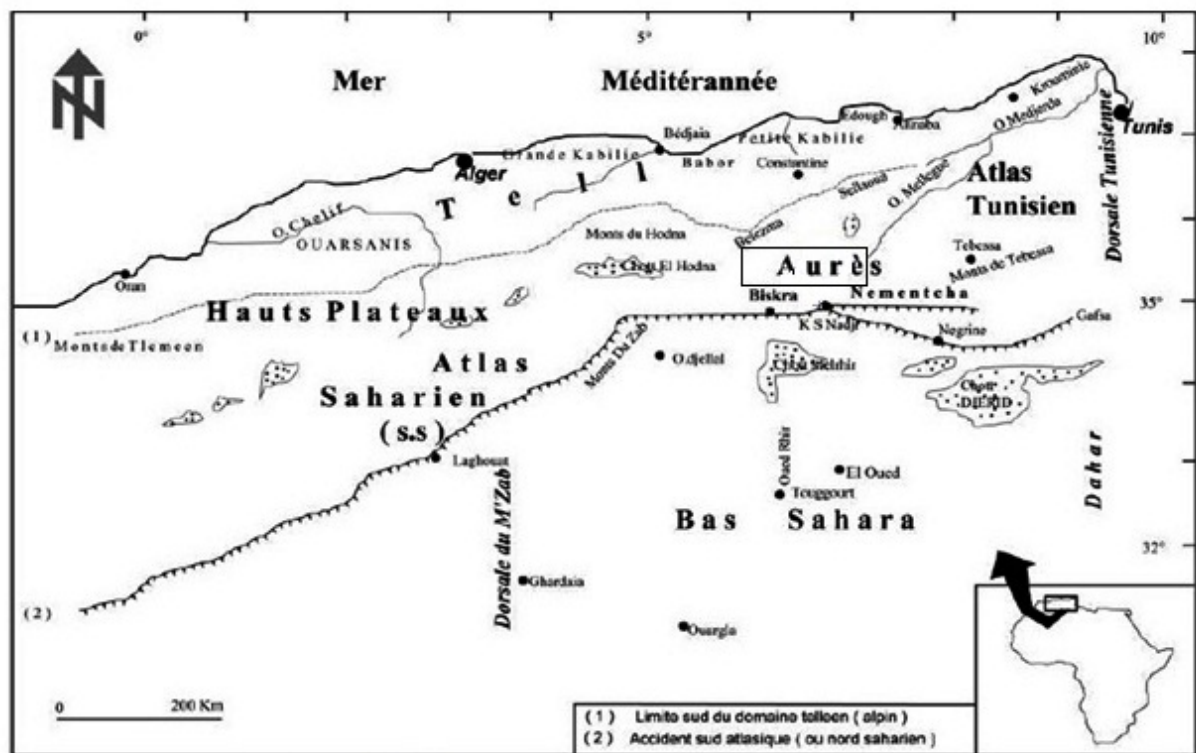
La deuxième partie est composée de deux chapitres :

Dans le premier chapitre on a défini les matériaux étudiés et dans le second on a exposé les méthodes expérimentales et les différents essais et manipulations utilisées.

La troisième partie contient trois chapitres dont le premier a été consacré à l'exposé des différents résultats de la caractérisation minéralogique, géochimique, cristallographique des formations argileuses. Le deuxième a été réservé à la discussion et l'interprétation des résultats de cette caractérisation et leurs conséquences paléogéographiques et commerciales et en fin le troisième à la conclusion générale et les recommandations.

SITUATION GEOGRAPHIQUE

Le massif des Aurès constitue l'extrémité orientale de la chaîne atlasique (**Fig. 01**), séparant ainsi les hautes plaines constantinoises du Sahara. Il est limité au nord par la plaine de Timgad, qui s'étend de Batna à Khenchela, vers l'Est par les monts des Nememchas sans discontinuité remarquable, au Sud par la plaine quaternaire saharienne dont il est séparé par un rideau de petites collines pliocènes formant la chaîne des Guerguitts, et à l'Ouest l'Aurès s'abaisse progressivement vers le bassin néogène du Hodna et son annexe le bassin d'El Outaya. Stratigraphiquement, il est constitué de dépôts détritiques du crétacé inférieur ; des dépôts argilo carbonatés du crétacé supérieur et du jurassique ; les sédiments tertiaires sont à dominance carbonatée, du Paléocène jusqu'à l'éocène moyen, tandis que le néogène est essentiellement détritique.



□ Zone d'étude.

Fig.01. Localisation des principaux ensembles géomorphologiques du Nord de l'Algérie et de la Tunisie (Chebbah, 2007) ; en encadré la zone d'étude.

La région d'étude est située sur la bordure méridionale du domaine atlasique plissé ; elle s'étend administrativement sur le territoire de de la wilaya de Biskra et celui de la wilaya de Batna (**Fig. 2**).

Les terrains ciblés dans cette étude sont les formations argileuses occupant les cœurs des synclinaux de Rhassira à l'Est et d'El Kantara à l'Ouest ainsi que les argiles miocène de la plaine d'El Outaya au Sud.

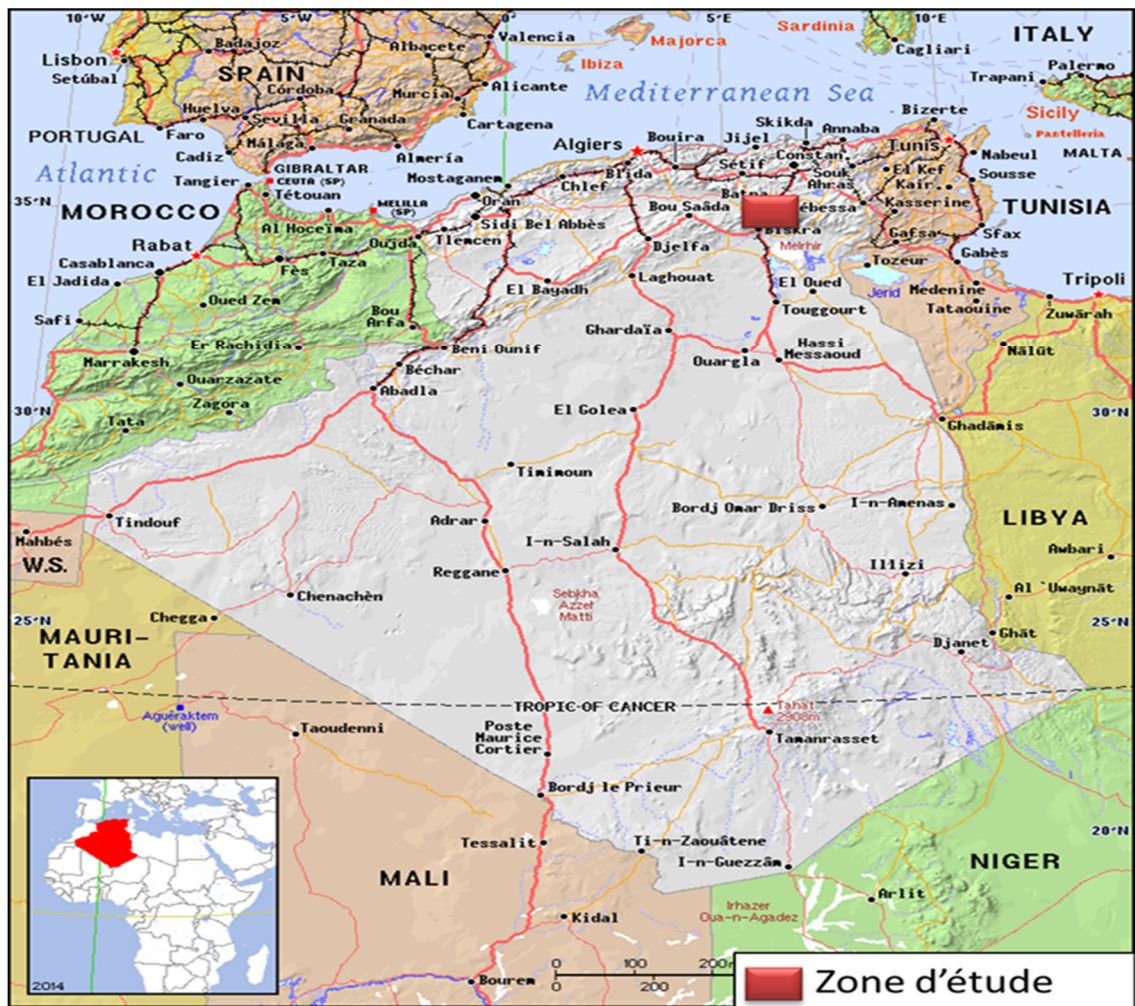


Fig. 02. Situation géographique de la zone d'étude

***PREMIERE PARTIE : REVUE
BIBLIOGRAPHIQUE***



I. CADRE GEOLOGIQUE REGIONAL

I) CADRE GEOLOGIQUE REGIONAL

I.1. La lithostratigraphie

Dans la région d'étude, seules des formations sédimentaires, datant du trias au quaternaire, sont connues et sont marines, lagunaires ou continentales (**Fig.03**). Ces formations ont fait l'objet de plusieurs travaux et des descriptions détaillés par Laffitte (1939), Busson(1970), Guiraud (1973, 1990) ; Chebbah (2007) ; Lamouri (2008), Hamel (2009) et. Djaiz (2011). Par conséquent, nous ne donnerons dans ce qui suit, qu'une brève synthèse de ces travaux, afin de situer notre secteur d'étude dans son contexte lithostratigraphique régional qui est celui du massif de l'Aurès et notamment sa partie méridionale.

I.1.1 Le Mésozoïque

Comme dans l'ensemble de l'Atlas saharien, le mésozoïque forme les principaux reliefs imposants dans toute la région d'étude (Chebbah, 2007). Il est, en grande partie, constitué de terrains du crétacé où domine une sédimentation argilo-carbonatée.

I.1.1.1 Le Trias

Les dépôts triasiques sont les plus anciens reconnus dans la région d'étude et se rencontrent en position stratigraphique anormale. Ils se manifestent sous forme de pointements triasiques (diapirs), souvent, à extensions très limitées, éjectées à travers des séries encaissantes post triasiques à la faveur des cassures à l'exemple du pointement Dj Melah, Narah, Maâfa, Manaâ. Ces formations sont représentées principalement d'argiles bariolées souvent gypsifères associées à des cristaux d'aragonite, d'anhydrite, de quartz bipyramidé, d'hématite, de blocs de cargneules, du gypse fibreux et parfois des débris de roches appartenant à la couverture sédimentaire secondaire et tertiaire. Quant au pointement post miocène de dj. Melah, il est formé essentiellement de sel gemme à la différence des autres pointements anté-miocène où le sel avait été dissout depuis longtemps.

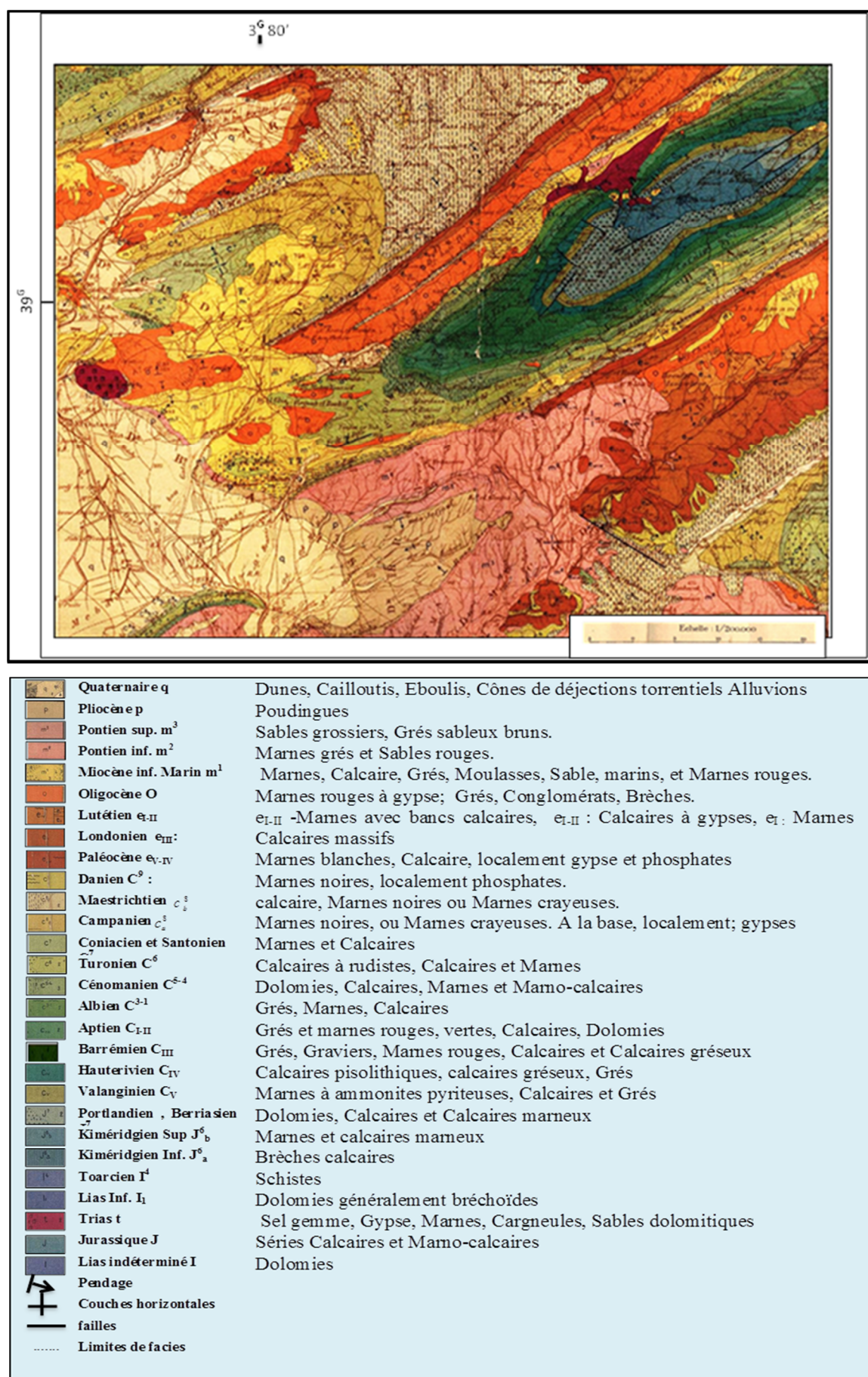


Fig. 03. Extrait de la carte géologique de l'Aurès (R. Laffitte, 1939).

I.1.1.2 Le Jurassique

I.1.1.2.1 Le Jurassique moyen et inférieur

Comme les dépôts triasiques, les affleurements du jurassique moyen et inférieur sont inconnus en situation normale dans la région d'étude.

Cependant, Laffitte (1939) a signalé l'existence de fragments de dolomie liasique au niveau du dôme de sel d'El Outaya et deux petits lambeaux de schistes tendres fossilifères renfermant des ammonites pyriteuses et des empreintes de posidonomyes emballés dans les marnes à gypse triasiques des environs de Manaâ qu'il attribue selon leur contenu fossilifère au Toarcien.

I.1.1.2.2 Le Jurassique supérieur

Les terrains jurassiques, les plus anciens visibles en situation normale dans la région, constituent, entre les vallées de l'Oued Abdi et de l'Oued Abiod, le cœur de l'anticlinal du djebel El Azereg. Ils forment une boutonnière d'environ 20 à 25 km de longueur dans laquelle, on peut reconnaître du centre vers la périphérie : le Kimméridgien, le Portlandien et le Berriasien. (Fig. 04)

a) Le Kiméridgien inférieur

Les affleurements de cet étage signalés par Laffitte (1939), n'affleurent qu'aux environs de l'Ain Saïda (Tizi N'Saïda) près de la localité Narah. Ils sont représentés par un complexe de calcaire marneux, de brèches et de couches rognoneuses

b) Le Kiméridgien supérieur

Les dépôts du Kiméridgien supérieur occupent le centre de l'anticlinal de Dj. Azreg, sont représentés par une série marneuse monotone, non fossilifère atteignant les 400m d'épaisseur, admettant parfois des intercalations de bancs de calcaire marneux à lamellibranches.

c) Le Portlandien et le Berriasien

Ces deux étages, d'une épaisseur d'environ 250 à 300 m se présentent sous deux faciès bien distincts sous leurs formes extrêmes, mais qui passent progressivement de l'un à l'autre :

- un faciès calcaro-marneux au NW, peu fossilifère, formé de calcaires en bancs siliceux blanchâtres violacés surtout à radiolaires et de marnes à ammonites pyriteuses

avec, à leur sommet, quelques intercalations de calcaires argileux et de calcaires pisolithiques à brachiopodes, lamellibranches, polypiers et échinodermes.

- un faciès dolomitique au SW, formé de dolomies azoïques à rares passées de calcaires et de marnes à bélemnites et qui forment la grande partie du flanc sud de DJ. El Azereg. L'uniformité des faciès et la rareté des fossiles n'ont pas permis de préciser leurs limites.

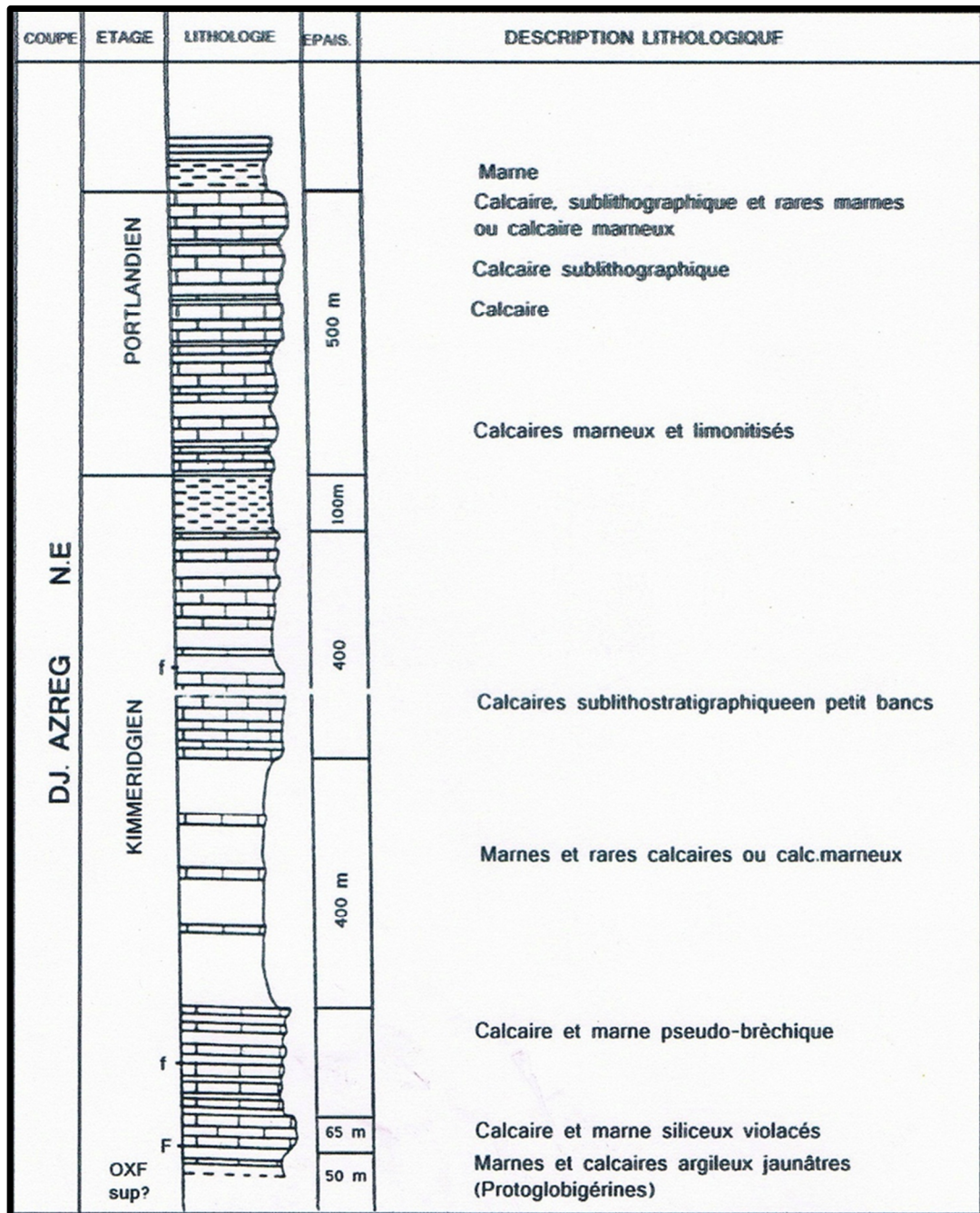


Fig. 04 : Le Jurassique dans le massif des Aurès « Djebel Azreg » (Boudjema. A, 1987) ; in (Djaiz, 2011).

I.1.1.3. Le Crétacé

Le Crétacé est très développé dans toute la région d'étude dont on peut étudier une coupe continue du Berriasien au Danien ; il est concordant avec le Jurassique et en partie avec le nummulitique. Il est marqué par la succession de deux séries : une série gréseuse basale d'environ 2000 m d'épaisseur du Crétacé inférieur et une série marno-calcaire sommitale d'environ 3000 m d'épaisseur du Crétacé supérieur (**Fig. 05**).

I.1.1.3.1. Le Crétacé inférieur

a) Le Valanginien

Le Valanginien affleure dans l'Aurès uniquement dans l'anticlinal de DJ. El Azreg où il dessine une ellipse allongée autour des affleurements jurassiques.

Il est formé essentiellement d'une assise marneuse riche en fossiles pyriteuses de 250 à 300 m d'épaisseur admettant des intercalations de calcaires à Ostracées et de grés dans sa partie médiane et des intercalations de grés et des calcaires pisolithiques dans sa partie sommitale.

b) L'Hauterivien

Dans l'Aurès, les formations hauteriviennes sont caractérisées par deux facies, l'un calcaro-gréseux, caractérisé par des calcaires pisolithiques à algues au SW, l'autre gréseux et dolomitique peu fossilifère au NW. Ces formations dessinent une auréole régulière au centre de l'anticlinal de Dj. El Azreg où elles forment autour des dépressions occupées par les marnes valanginiennes des escarpements calcaires ou gréseux.

c) Le Barrémien

Dans le massif des Aurès, le Barrémien est essentiellement quartzeux, caractérisé par une variation de facies et de puissance. Dans la partie septentrionale et centrale du massif, c'est le facies quartziteux qui domine. Vers le SW, à ce faciès s'intercalent des marnes rouges, violettes, ocracées, des bancs de grés sableux et gypseux ; déclarant des conditions lagunaires de sédimentation. Par contre au NE, c'est le facies marin qui règne avec une sédimentation carbonatée.

La puissance de la série est décroissante en allant du Sud (400 m) au Nord (250 m).

d) L'Aptien

L'Aptien affleure dans tous les grands anticlinaux de la région d'étude (Dj. El Azreg, Dj. Bou Rhezal, Dj. Ichmoul, Dj. Chelia. Dj. Ahmar Kadou, et Dj. Metlili). Sa partie inférieure est représentée par un facies marin, constitué essentiellement de marnes à échinidés, ostracés, brachiopodes et rares ammonites, qui vers la partie Sud-Ouest du massif passe à un facies continental à dominance gréseuse riche en Céphalopodes. La partie supérieure est essentiellement sub coralligène à Rudistes et à Orbitolines, représentée de calcaires marneux, de marnes à bancs calcaires, de calcaires à intercalations marneuses, de calcaires gréseux ou massifs et se termine par une alternance de calcaires et de marnes.

e) L'Albien

L'Albien affleure dans tous les anticlinaux du massif des Aurès, où il couronne régulièrement les assises sous-jacentes du crétacé inférieur. Il s'individualise sous deux faciès bien distincts :

- L'un, basal, d'une épaisseur d'environ 150 à 200 m, caractérisé par des alternances, de grès et des marnes avec des minces bancs de calcaires à Ammonites, qui passent vers le SW à un facies continental ou lagunaire représenté par des argiles bariolées et des grés rouges ;
- l'autre, sommital, à facies carbonaté, formé de calcaires à Céphalopodes passant au SW du massif à des calcaires subrécifaux à Algues et à Orbitolines et au NW à des alternances de grès et des marnes à intercalations calcaires.

I.1.1.3.2. Crétacé supérieur**a) Le Cénomani**

Le Cénomani d'une épaisseur qui dépasse les 1000m, affleure dans tous les grands anticlinaux des Aurès en auréole autour des massifs formés par les faciès du Crétacé inférieur. Sa partie basale est essentiellement marno-calcaire riche en Céphalopodes, tandis que sa partie sommitale est généralement marneuse.

b) Le Turonien

Le Turonien est l'étage du Crétacé supérieur qui occupe en affleurement les aires les plus considérables, particulièrement au Sud et SW des Aurès.

À la périphérie du massif des Aurès, il est formé de récifs et de calcaires à Rudistes, Polypiers et Algues (100 à 300 m), tandis que dans sa partie axiale, il est surtout représenté par des marnes et des calcaires à Céphalopodes et Échinidés (600 à 800 m).

c) Le Sénonien

À l'inverse des formations sous-jacentes, le Sénonien n'affleure pas que dans les anticlinaux, mais bien aussi dans les synclinaux de la région. Il est formé d'une épaisse série marine, atteignant environ 2000 m d'épaisseur présentant une certaine homogénéité d'ensemble avec une réduction des épaisseurs vers le nord du massif.

Il est représenté par un Sénonien inférieur (le Coniacien et le Santonien), essentiellement marneux, qui passe progressivement vers le SW à un facies carbonaté, formé de calcaires à Rudistes et un Sénonien supérieur (Campanien et Maestrichtien), comprenant d'une part le Campanien très généralement marneux présentant des intercalations de bancs de calcaires crayeux, à Ammonites, Oursins, Huîtres à l'Est et à Foraminifères à l'Ouest et d'autre part le Maestrichtien constitué à l'ouest par de puissantes masses de calcaires à Lithothamnées et Bryozoaires (El Kantara), à l'Est par une assise de calcaires crayeux, riches, surtout, en Bryozoaires et Orbitoïdes surmonté de nouveau par des calcaires massifs.

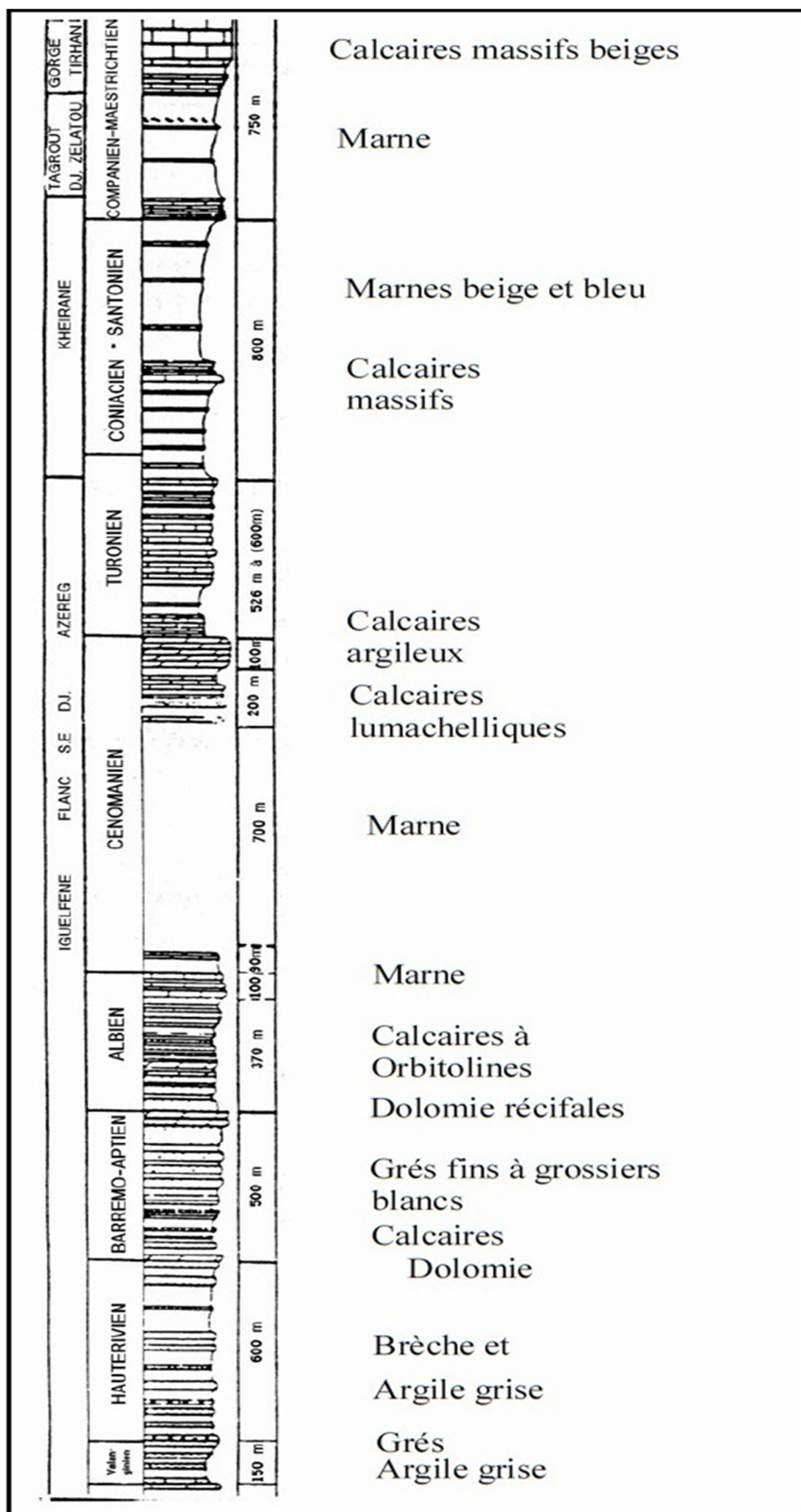


Fig. .05. Crétacé des Aurès (Boudjema. A, 1987) ; in (Djaiz, 2011).

I.1.2. Le Cénozoïque

Le cénozoïque est bien connu dans l'Aurès, il est représenté par les dépôts paléogènes occupant essentiellement les cœurs des synclinaux et ceux du néogène bien développés dans les plaines.

I.1.2.1. Le Paléogène

Le Paléogène est bien représenté dans le domaine d'étude où il se trouve dans tous les grands synclinaux et sur la flexure saharienne. Il comprend tous les terrains compris entre le Danien et le Miocène inférieur marin transgressif. Quoiqu'il présente de nombreuses variations de faciès et une nette réduction des épaisseurs du NW au SE, il se compose principalement de deux séries bien distinctes et dont la limite entre les deux, doit se placer à la partie supérieure du Lutétien :

- Une série essentiellement marine, à la base (Danien - Lutétien supérieur) ;
- Une série continentale, au sommet (Eocène supérieur - Oligocène).

I.1.2.1.1. Série marine du Paléogène (Eocène inférieur et Eocène moyen)

Au Danien marin, se succèdent, en concordance, des couches marines marno-calcaires (**Fig. 06**), dans lesquelles, localement et exceptionnellement, s'intercalent des couches lacustres ou lagunaires. Cette série, qui est pour l'essentiel marine, correspond à une formation calcaro-marneuse comportant, parfois, de fines passées argilo-grésoconglomératiques ou gypseuses. La plupart des niveaux carbonatés sont fossilifères et sont à Gastéropodes, Lamellibranches et Méliolidés.

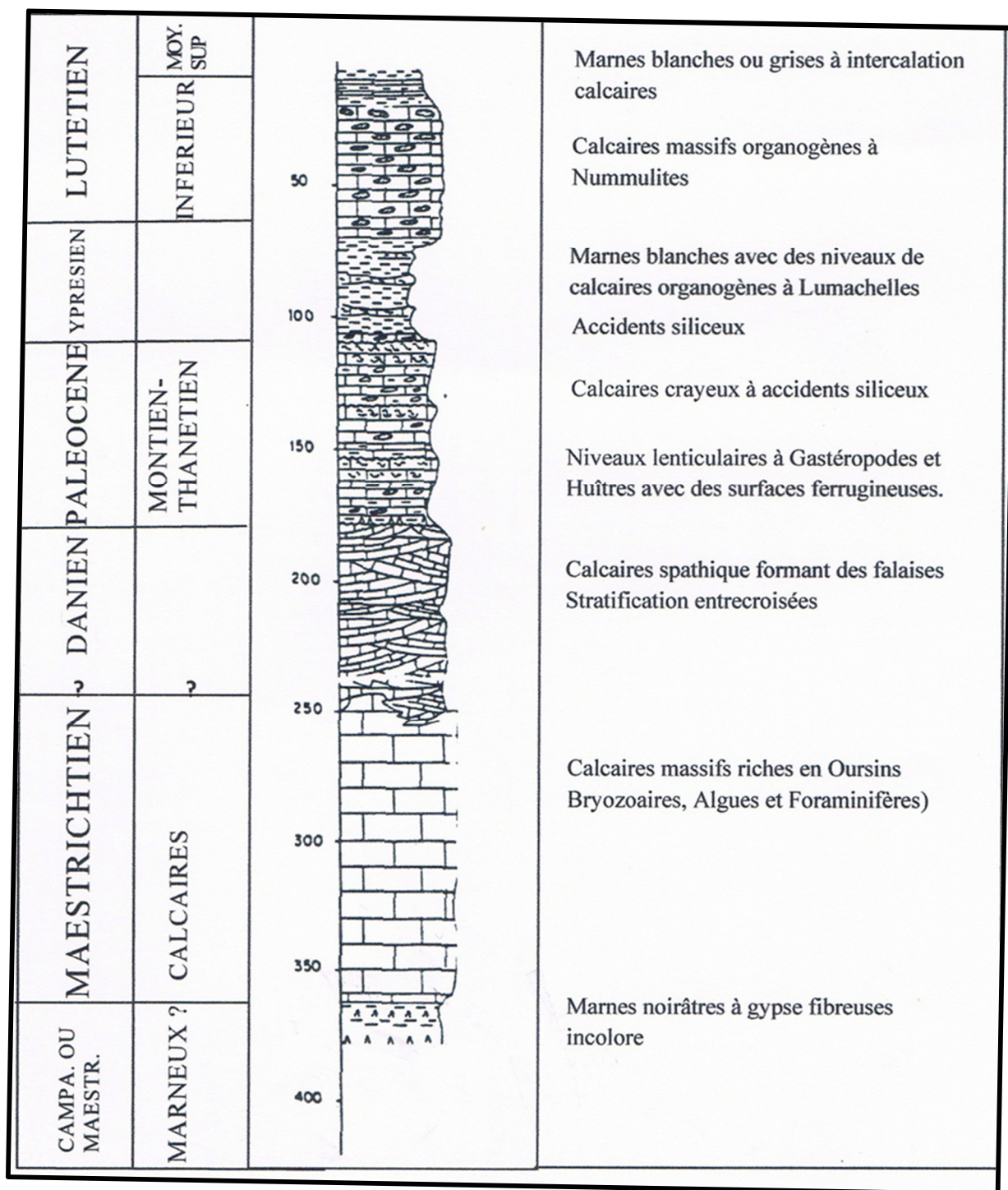


Fig. 06 - Le crétacé supérieur et tertiaire basal dans le secteur de M'Chounèche - Zemra (Nord des Aurès). (Boudjema. A, 1987) ; in (Djaiz, 2011).

Dans la partie centrale du massif des Aurès (synclinal de Rhassira) (**Fig. 07**) et à proximité de la localité de M'chouneche, le Paléocène est constitué de calcaires contenant quelques bancs marneux. L'Eocène inférieur de marnes et de calcaires marneux à rognon de silex et le Lutétien est formé de calcaires à silex. Tandis que plus au Nord près de Ghoufi, le Paléocène est formé de calcaires massifs à Lamellibranches. L'Eocène inférieur par des marnes blanches à *Ostrea* et des calcaires à silex. L'Eocène moyen (Lutétien) est représenté par des marnes et des calcaires marneux, intercalés parfois par des bancs de gypse.

Dans la partie occidentale, au niveau du synclinale d'El Kantara, le Paléocène est formé de calcaires et calcaires marneux à Gastéropodes, Miliolles et Lamellibranches, de marnes jaunâtres et de calcaires marneux ou dolomitiques. L'Eocène inférieur est formé de calcaires lacustres, de marnes rouges à passées gréseuses, de grès et de conglomérats consolidés et l'Eocène moyen (Lutétien), de calcaires gréseux, de calcaires et de marnes à Gastéropodes et Lamellibranches admettant quelques passages gréseux ou contenant des lentilles conglomératiques à la base. (**Fig. 08**).

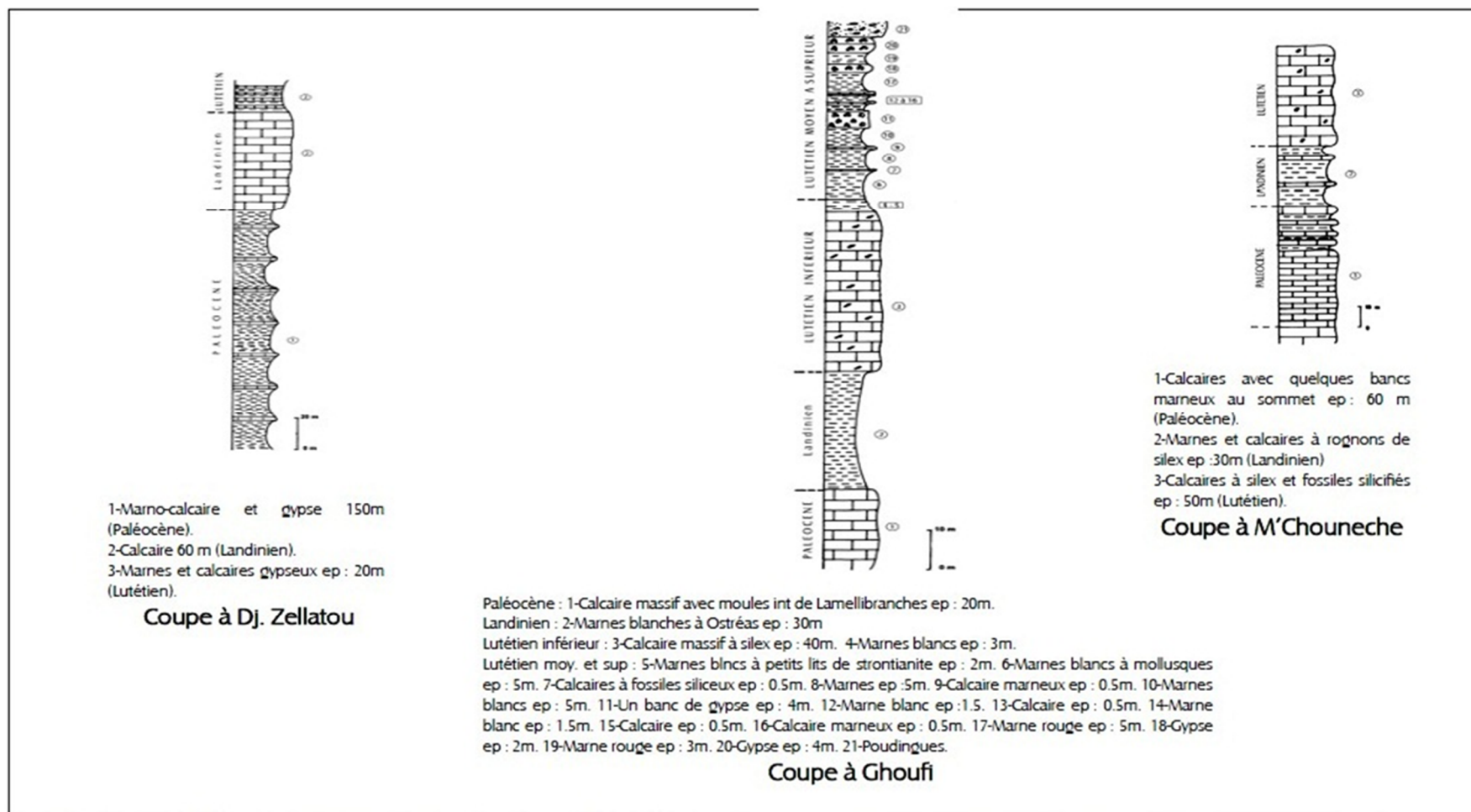


Fig. 07. Coupes descriptives du paléogène à travers Oued el Abiod, du NE au SW. Hamel (2009,) d'après description de Laffitte, (1939).

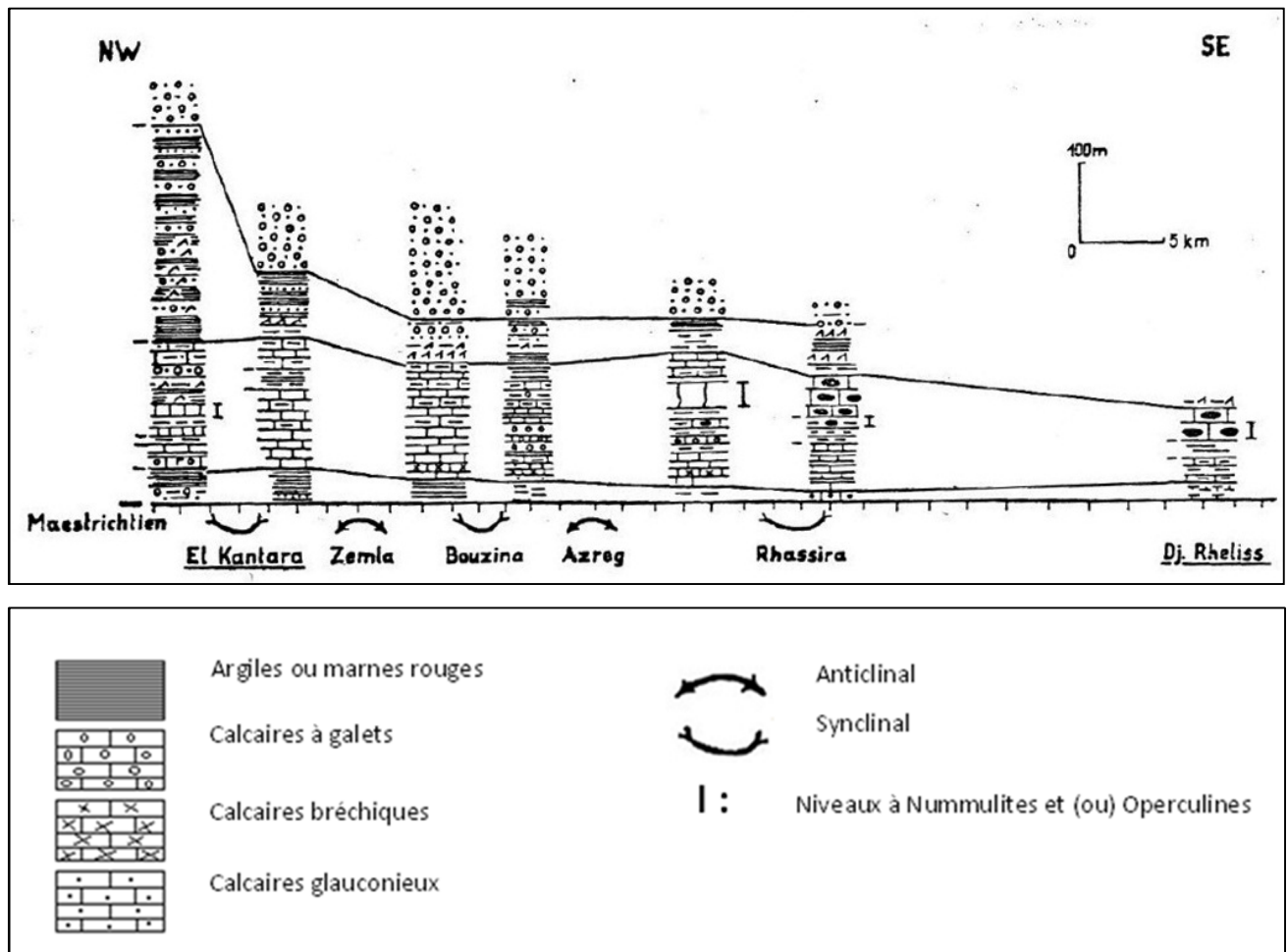


Fig.08. Essai de corrélation dans l'Eocène, entre El Kantara et Djebel Rheliss (Guiraud, 1990).

I.1.2.1.2. Série continentale du Paléogène, (Eocène supérieur et Oligocène)

Le Paléogène continental se rencontre, selon Laffitte (1939) dans deux situations différentes :

- Dans les synclinaux, où il a commencé à se former dès l'émersion de la région, recouvrant en concordance le Lutétien et supportant parfois en concordance le Burdigalien.
- En discordance sur tous les termes des séries plus anciennes. Là, il n'a commencé à se former qu'après que l'érosion eut attaqué la région.

La série est essentiellement constituée, de faciès continentaux, représentés par une sous-unité marno-gréseuse basale et par une sous-unité sommitale formée, surtout, de poudingues à ciment calcaire ou gréseux et à Gastéropodes.

Dans la partie occidentale de l'Aurès (synclinal d'El Kantara), sur le flanc SE du synclinal, le Paléogène continental est représenté par une série basale marno-gréseuse et une série sommitale, essentiellement formée de poudingues.

Sur le versant sud du massif (Rhassira, Bouzina), il est formé de marnes rouges, localement gréseuses, de conglomérats grossiers à éléments souvent diversifiés.

I.1.2.2. Le Néogène

Dans l'Aurès, le Néogène est très différent dans le massif et à sa périphérie; dans les centres des bassins, il est constitué par des couches marines, peu épaisses, par contre dans leur périphéries, il est formé à la base, par des assises marines assez épaisses, supportant des couches continentales.

Laffitte (1934) a subdivisé le Néogène en :

- Néogène marin, regroupant le Miocène inférieur.
- Néogène continental, regroupant le Miocène supérieur et le Pliocène.

✓ Néogène marin

Le Néogène marin est lié à la transgression burdigalienne où la mer a recouvert tout le massif des Aurès, mais peu après n'a subsisté que dans les bassins de la périphérie où s'est déposés des molasses gréseuses et des grès, dans le bassin de Timgad au nord et des molasses calcaires et des marnes, dans le bassin d'El Outaya à l'Ouest.

✓ Néogène continental

Le Néogène continental est représenté par des épaisses assises continentales surmontant le néogène marin. Ces assises, bien développées dans le bassin d'El Outaya et à la bordure nord du bassin des grands chotts sont formées, à la base, par des argiles rouges gypseuses, des grès ou sables bruns ou rouges et au sommet de poudingues rouges.

Cependant, le découpage de Guiraud (1973, 1990), basé sur l'âge des formations néogènes, demeure le plus affiné. Cet auteur, suite à une étude détaillée du bassin du Hodna et des régions voisines, subdivise la série néogène en plusieurs ensembles qu'il nomme : miocène 1, miocène 2, miocène 3, miocène 4 et pliocène.

a) Miocène 1 (m^1):

Il ne s'individualise clairement que dans les confins du Hodna et de l'Aurès en position discordante sur l'Oligocène, l'Eocène inférieur ou moyen ou sur le crétacé. Il est représenté par des formations de couleur rouge, le plus souvent détritiques et continentales, passant rapidement à un facies lacustre et lagunaire à la terminaison du Djebel Metlili. Sur les bordures orientales des bassins néogènes du Hodna et d'El Outaya, les formations du miocène 1 s'individualisent nettement et sont recouvertes en discordance par tous les autres ensembles du Miocène supérieur, y compris le miocène 2 présentant également un facies continental rougeâtre (Guiraud, 1990). En revanche, quand ces dépôts sont en affleurements isolés ou surmontés par des niveaux se rapportant à la base de l'un des ensembles miocènes suivants, rend la distinction entre la limite entre le Miocène 1 et le miocène 2, difficile voire impossible, d'ailleurs, la plupart des auteurs n'avaient pas fait la distinction au sein de ces séries rouges qu'ils appelaient invariablement « Aquitanien » l'équivalent du miocène 1-2 (m^{1-2})

b) Miocène 2 (m^2) :

Quand il est distingué du miocène 1, il est représenté par des séries détritiques, marines ou laguno-lacustre. A l'ESE du diapir d'El Outaya, il est formé par des séries détritiques, rouges à passées très grossières, légèrement discordantes sur celles du miocène 1, des marnes jaune verdâtres à gypse et des calcaires argileux à Lamellibranches. Plus au nord, vers la localité de Hammam Sidi El Hadj, il montre là de petites passées gréseuses ainsi que vers son sommet, de minces lit gypseux.

c) Miocène 3 (m^3) :

Il est caractérisé, dès sa base par la généralisation de la transgression déjà amorcée au sommet du miocène 2, qui est marqué par des formations carbonatées discordantes sur leur substratum, au niveau des bordures des bassins et au cœur des massifs avoisinants dans la région d'étude (bled Salaouine, Guedila, Djammarah, Sabaa Magataa), le miocène 3 correspond à une puissante série de marnes gris-bleutés à verdâtres renfermant une microfaune d'âge Langhien à Tortonien surmontant une dalle de calcaire à Algues, Oursins et Polypiers et des conglomérats de base.

d) Miocène 4 (m⁴)

Le miocène 4 est caractérisé par une diversification de facies. Au Nord d'El Outaya, il est représenté par des assises marno-gréseuses, brun rougeâtres, dans le bassin de Djammorah à l'Est. Les marnes deviennent très gypseuses annonçant ainsi le facies évaporitique du Miocène terminal de Branis.

e) Pliocène :

Le pliocène forme une série d'affleurements très continus au Nord et à l'Est de la plaine d'El Outaya, il est formé de facies à dominance grés-conglomératique. A l'ESE de Branis, le pliocène montre une série continue, débutant par des grès jaunes friables à stratifications obliques, des alternances de grès et des marnes sableuses, jaunâtres et se termine par une puissante série de marnes gypso-sableuses brunes à rougeâtres à minces intercalations gypseuses recouvertes par des conglomérats grossiers.

La série du néogène, bien développée en affleurement, notamment, en bordures septentrionales des bassins aurésiens, repose souvent en discordance sur tous les terrains antérieurs. Lorsqu'elle est complète, elle comporte plusieurs ensembles litho-stratigraphiques découpés en formations ; cependant, malgré les différentes subdivisions existantes, **(Tab.1)** Chebbah, (2007) et la plupart des auteurs s'accordent à donner à cette série néogène, la superposition suivante :

- A la base, des argiles vertes ou brunes et des calcaires aquitano-burdigaliens.
- Des argiles, souvent, brunes à intercalations de bancs gypseux langho-serravaliens.
- Des argiles rouges gypseuses tortoniennes.
- Des grès ou sables bruns-rouges messéniens.
- Au sommet, des poudingues rouges pliocènes.

Cette superposition correspond, d'après Chebbah (2007) au schéma très simplifié des grands ensembles qui présentent sur le terrain d'importantes variations latérales et verticales de faciès. Aussi, si la série est divisée en un néogène marin à la base et un néogène continental au sommet ; les limites restent sujettes à discussions, car les récents travaux de Chebbah (2007), montrent, du moins pour la région de Biskra, l'existence de dépôts marins du miocène supérieur ou même du pliocène.

Tab. 1: Historique du découpage lithostratigraphique du Néogène dans l'Atlas saharien et les régions voisines
(Guiraud, 1990 ; Chebbah, 2007).

M. Chebbah (2007)	J.Savorninn (1920)	R.Laffitte (1939)	J.Bertraneu et J.Magné (1952, 1955)	G.Cassan (1967)	M.Kieken (1970)	G.Glaçon et R.Guiraud (1970)	R.Guiraud (1973)	Z. foram.planct. W.A.Berggren (1971)	Age *	MA
									DTS	
Cycle Pliocène MS III	MS IIIb	Pontien	m ⁴	Pliocène	P	Miocène sup.				
	MS IIIa	Sarmatien Helvétien	m ³	Pontien Sup.	m ³					
Cycle Miocène 2 MS II										
Cycle Miocène 1 MS I										

*Digital Time Scale (Gradstein and Ogg, 1996)

I.1.3. Quaternaire

Les terrains récents sont largement répandus à la périphérie de la région d'étude où ils forment de larges nappes alluviales d'une épaisseur considérable. Tandis qu'au centre sont rares. Là, ils sont représentés uniquement par des éboulis et des terrasses. Vers le Sud-Ouest des dunes s'observe aux environs de Biskra.

- **Éboulis**

Ils sont très développés aux pieds des crêtes du calcaire maestrichtien. Le plus souvent sont polygéniques et polychromiques.

- **Terrasses**

Les terrasses des oueds de la région d'étude n'acquièrent jamais une épaisseur considérable (2 à 3 m max). Elles ne marquent pas des stades de remblaiement mais simplement des époques stationnaires de creusement des vallées.

- **Travertin**

En de nombreux points, les sources sont entourées par des travertins très importants. A Bni Farh, où ils contiennent des feuilles d'arbre appartenant exclusivement à des feuillus, dans une région où ces arbres n'existent plus aujourd'hui et témoignent ainsi des variations de climat pendant le quaternaire.

- **Dunes**

Au Sud-Ouest de Biskra et de Sidi-Okba, le vent a accumulé autour de tous les obstacles naturels, des amas de sables qui s'alignent parfois en chaînes de dunes.

Il n'existe pas de dunes au nord des chotts, ce qui semble indiquer qu'elles tirent leur origine du sud. Les chotts ayant empêché la propagation du sable vers le nord.

I.1.4. Conclusion et synthèse paléogéographique de l'Aurès

L'évolution paléogéographique de la région des Aurès, (Laffitte, 1939) se résume de la manière suivante :

Le Trias

Au trias, l'Aurès était une zone de lagunes d'évaporation où se déposaient des argiles, du gypse et du sel.

Le Jurassique

Au Jurassique, la mer occupe le bassin de l'Aurès accidenté de hauts fonds. Ce bassin correspond à une mer profonde où se déposaient des marnes suivies d'un retour à des dépôts carbonatés indiquant une mer peu profonde.

Le Crétacé inférieur

Au crétacé inférieur, un approfondissement busque de la mer, au Valanginien, favorise le dépôt de marnes à Ammonites pyriteuses, associées à des Lamellibranches, des Gastéropodes et des Polypiers témoignant d'une mer peu profonde n'excèdent pas 300 m. Par contre à l'Hauterivien, se déposaient des grés et des calcaires pisolithiques à Polypiers, Foraminifères et Algues bleues indiquant des conditions de sédimentations très néritiques avec une diminution de la profondeur de la mer.

Au Barrémien, les conditions de sédimentation étaient essentiellement lagunaires, marquées par l'abondance des apports détritiques (des grés souvent à grains très grossiers passant à des graviers) et des dépôts lagunaires « gypse ».

À l'Aptien, persistance de conditions lagunaires au départ, avec envahissement progressif de la région par la mer où se déposaient des calcaires récifaux à Rudistes.

À l'Albien, le retour, de nouveau, d'un milieu lagunaire, surtout dans la partie SW du massif passant par la suite à un milieu marin peu profond, caractérisé par le dépôt de calcaires à Algues, Orbitolines et rares Rudistes et des dépôts glauconieux et phosphatés riches en Céphalopodes.

Le Crétacé supérieur

Au Crétacé supérieur, un brusque changement intervient, marqué par le retour des conditions marines avec dépôt de calcaires de plate-forme dont leur épaisseur (3000 m) indique une forte subsidence, avec :

Au Cénomaniens, approfondissement de la mer favorisant le dépôt des marnes bleues à Céphalopodes.

Au Turonien, sur toute la périphérie s'installèrent des récifs à Rudistes d'une épaisseur d'environ 800 m indiquant une sédimentation néritique. Le rapprochement de ces deux conditions, mer peu profonde et grande puissance de sédimentation (800 m), laisse penser que l'Aurès a subi un affaissement important du tréfonds à cette époque.

Au Sénonien, la sédimentation néritique régnait toujours ; l'épaisseur des dépôts atteint les 2000 m attestant d'un affaissement lent du tréfonds.

Le Paléogène

Du Paléocène (Montien) à l'Eocène (Lutétien), l'Aurès a été recouvert par une mer peu profonde.

À la fin du Lutétien, l'abondance du gypse dans les dépôts indique l'installation de lagunes préluant à l'émersion du massif.

De l'Eocène supérieur (Bartonien) au Miocène inférieur (Aquitaniens), l'Aurès émergerait et ils ne s'y déposaient plus que des sédiments continentaux qui s'accumulaient dans les synclinaux où ils surmontaient le Lutétien en concordance.

Le Néogène

Au Miocène inférieur, l'Aurès fut envahi par la mer miocène transgressive où les dépôts recouvrent en discordance tous les terrains antérieurs. L'Aurès est entièrement une région où le miocène fut peu épais ; elle s'affaissa peu dans la mer miocène, celle-ci n'ayant jamais envahis que les vallées et les dépressions anté-miocène et elle n'a jamais pénétré jusqu'à la bordure Sud de l'Aurès et dans le bas Sahara.

Au Miocène supérieur et au Pliocène, des dépôts rouges envahissent la région (argiles rouges surmontées par des grès ou sables bruns rouges et des poudingues). Ces Sédiments ont dû se déposer, selon Laffitte et Guiraud, dans des dépressions analogues aux chotts actuels, comme le prouve la présence de nombreux bancs de gypse dans les couches argileuses de base. Alors que pour Chebbah (2007), les argiles et les grès correspondent à des dépôts de plate-forme restreinte. La présence des poudingues indique une érosion plus active qui est la conséquence d'une accentuation du relief, dû aux mouvements épirogéniques qui affectèrent le massif à ce moment.

Au Quaternaire, des terrasses occupent d'importantes surfaces au Nord et au Sud de l'Aurès (en bordure des bassins Mio-pliocènes). Les sédiments tendres ont été déblayés avec

facilité et ont été recouverts par un manteau alluvial très étendu ; celui-ci a été entaillé à nouveau, ainsi que son substratum, par les rivières actuelles.

I.2. La Tectonique

Le massif montagneux de l'Aurès Laffitte (1939) et Guiraud (1973), est essentiellement constitué de plis vastes (plus de 50 km de long pour l'anticlinal de Dj. El Azereg, plus de 70 km pour le synclinal de Rhassira), assez réguliers et souples dont l'orientation est voisine de N 60 (**Fig. 09**). Toutefois, toutes les structures géologiques de ce massif ont fait l'objet de descriptions détaillées par Laffitte (1939) et Guiraud (1973) de ce fait, dans ce qui suit, nous ne donnerons qu'une brève synthèse de ces descriptions.

Laffitte (1939) résume la chronologie des événements tecto-orogéniques qui ont affecté l'Aurès en deux phases de plissement majeures et qui se sont accompagnées de plusieurs mouvements d'extension et de style différents.

I.2.1. Les Plissements

a) Les plissements anté- burdigaliens

Cette phase de plissement majeure dans l'Aurès, se place entre le lutétien et le Burdigalien ; période où se forment des horizons détritiques grossiers (formation des poudingues dès le Lutétien) concordants sur leur substratum et résultant donc principalement de mouvements de surrection verticale. La phase de serrage majeure doit se placer immédiatement après les dépôts de ces derniers qui sont recouverts en discordance par les formations transgressives burdigalliennes.

Ces plissements ont affecté tout le massif de l'Aurès et les régions voisines et sont, généralement, assez réguliers caractérisés par une grande amplitude (**Fig.09**), et une taille considérable puisque les assises anté-lutétiennes présentent, entre l'anticlinal de djebel Azereg et le synclinal adjacent (Rhassira), un dénivellement de près de 7000 mètres, pour lesquelles les mouvements post-néogène ne sont intervenus que pour environ 500 mètres. Aussi, ces plis présentent des directions qui varient de N40E à N60E, un tel éventail qui peut s'observer en partie au sein du même pli (Dj. Boughezal par exemple) ce qui démontre l'intervention de torsions probablement contemporaines des plissements atlasiques (Chebbah., 2007). L'apparition en concordance des formations conglomeratiques grossières de couleur rouge à la base comme au sommet de la série éocène à divers endroits prouve l'existence de mouvements prémonitoires à composante principalement verticale.

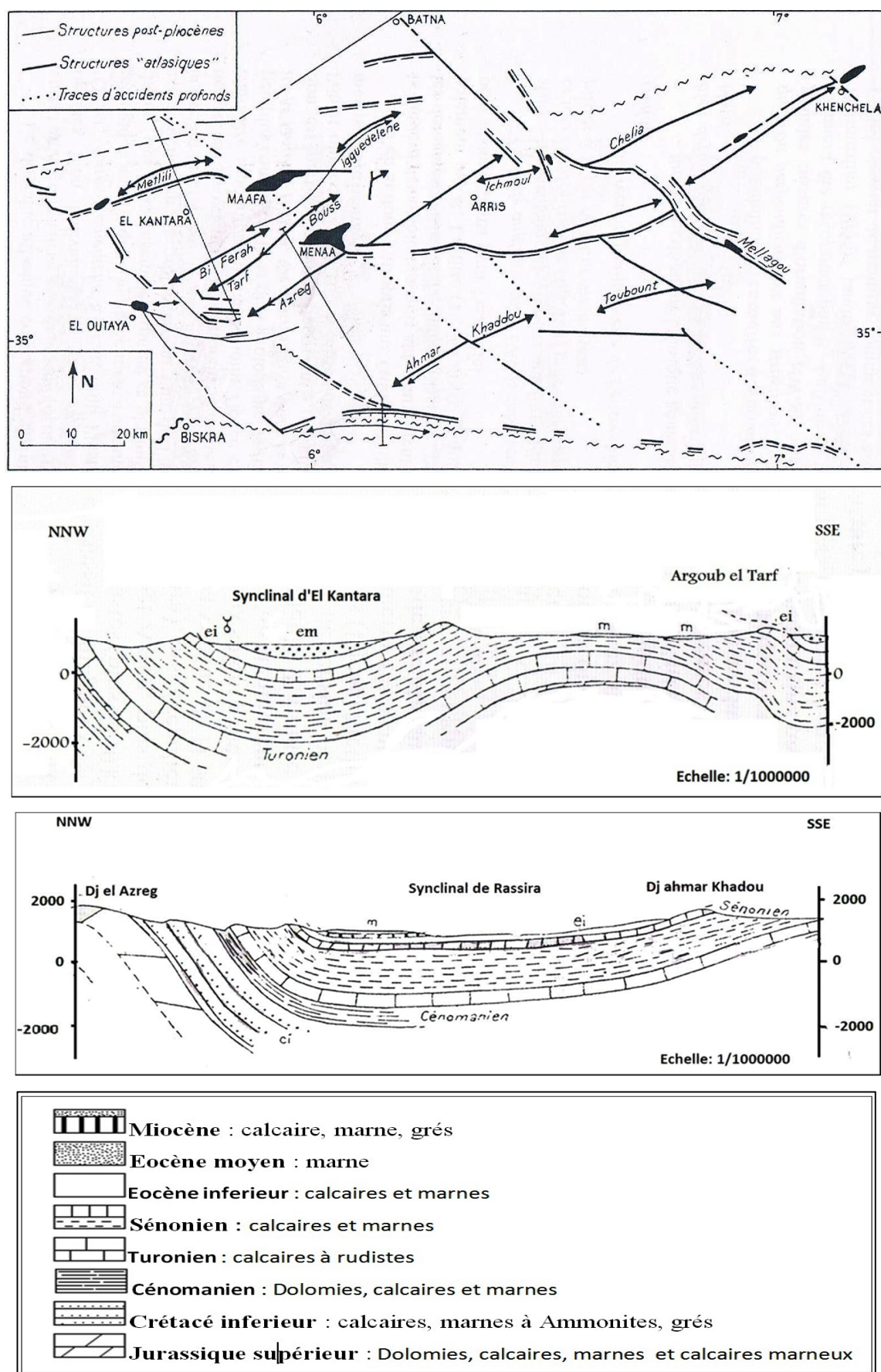


Fig. 09. Le massif de l'Aurès -schéma structural et coupes géologiques- (R. Guiraud, 1990).

b) Les plissements post-burdigaliens

Cette phase de mouvement épirogénique attribuée au quaternaire basal par Guiraud (1973) s'est manifestée dans l'Aurès par la déformation du Miocène supérieur suite au rejeu plus au moins important de certaines structures atlasiques avec une nouvelle surrection accompagnée de plissements affectant principalement les bordures du massif.

Les plis résultants de cet épisode tectonique diffèrent des précédents (atlasiques) par leur style plus cassant, leur ampleur moindre et leur direction qui est grossièrement E - W. Les plus importants de ceux-ci forment la chaîne de Djebel Rheliss (**Fig. 10**) formée d'une succession discontinue de petits chaînons montrant un net déversement vers le nord et tendant à recouvrir en faille inverse, des séries du miocène supérieur ou de la base du pliocène.

Cette chaîne est limitée à ses deux extrémités par des sortes de couloirs NW-SE jouant en décrochement dextres.

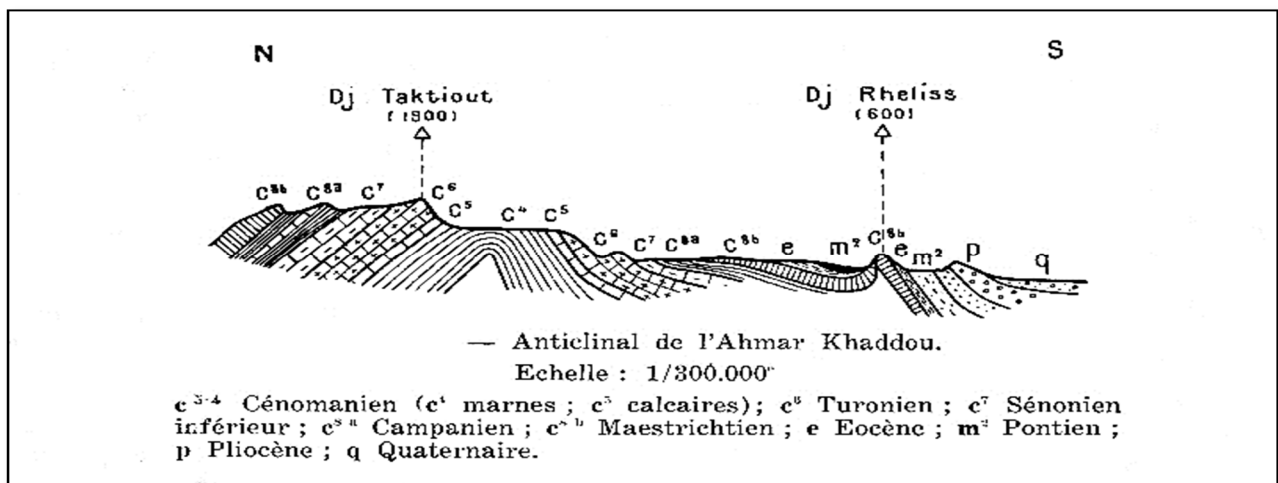


Fig. 10. Anticline de l'Ahmar Khaddou et Dj. Rheliss (Laffitte, 1939)

I.2.2. Les Cassures et flexures

Le massif de l'Aurès est affecté par de nombreuses cassures, Guiraud (1973, 1990), qui se répartissent suivant des directions variables et qui se regroupent en trois familles principales :

- NW-SE : décrochement dextres.
- E-W : décrochement senestres et dextres.
- N-S et NE-SW : décrochement senestres.

- Famille des cassures de direction NW-SE

La limite occidentale du massif de l'Aurès est liée à la présence d'une série d'accidents obliques sur l'Ouest ayant joué principalement avant le miocène avec des rejeux intra ou post-

miocène et post-pliocène. Les mouvements relatifs des différentes structures en présence, correspondent tantôt à des jeux en failles normales, tantôt à des jeux en décrochement dextres.

Parmi, les plus remarquables de ces accidents on trouve :

- l'accident situé à l'ouest du massif entre la pointe de Dj. Metlili et Sidi Khélil (W. Biskra) qui se présente sous forme de diverses failles d'orientation voisine (NW-SE) fréquemment décalées par des accidents E-W qui servent en quelque sorte de relais.
- l'accident qui a décalé le flanc Sud du Dj. Metlili d'une façon dextre vers le Sud-Est par rapport à celui de Dj. Ahmar Khaddou (déplacement apparent horizontal de l'ordre de 2 km)
- une grande cassure post-Eocène moyen ayant placé le synclinal d'El Kantara sans transition face au pli anticlinal de Dj. Mekriane.

- Famille des cassures de direction E-W

L'Aurès montre en divers points des accidents de direction E-W dont l'âge remonte à la phase atlasique, qui ont sans doute, joué principalement sur les bordures du massif, lors des phases ultérieures et surtout après le Pliocène.

Ce type d'accidents se rencontre assez régulièrement dans l'Aurès dont les plus importants sont ceux qui sont manifestés au Sud du Dj. Ich Ali, dans la région de Maâfa –Arba au Sud du Dj. Chelia et au cœur de Dj. El Azereg.

- Famille des cassures de direction N-S et NE-SW (Cassures directionnelles)

Ce sont des failles qui parcourent parallèlement les zones axiales des anticlinaux, les plis profondément dégagés par l'érosion (Dj. El Azereg, Dj. Chelia,) qui tantôt effondrent la voûte ou l'un des flancs (Dj. Boutlarmine versant Nord du Dj. Aidel) tantôt accompagnent au contraire la percée d'horizons résistants plus profonds (Albien du Dj. Metlili).

Ces failles d'orientation voisine de N 60°E sont plus rares au niveau des couches redressées qui forment les flancs des anticlinaux cités ci-dessus, mais il y a lieu de signaler que les plus importantes sont celles qui ont affecté la couverture méridionale du Dj. El Azereg entre les Djebels de Teniet El Riah et Takhoumt.

D'après Guiraud (1973), ces failles qui sont localisées près des axes des anticlinaux ont probablement suivi de très près la formation des grands plissements et montrent souvent un rejeu post miocène.

- La flexure sud atlasique

L'accident sud atlasique désigné le plus souvent par l'une des expressions suivantes : accident sud atlasique ou atlasien, flexure saharienne ou accident nord saharien, qui met en contact les vastes étendues monotones de la plate-forme saharienne et les chaînes de montagnes du domaine atlasique (**Fig. 11**) est une ligne quasi continue de faille et de flexures qui s'étend

d'Agadir (Maroc) à l'Ouest jusqu'à Gabes (Tunisie) à l'Est en passant par l'Algérie (ligne : sud atlasique) (Guiraud, 1973). Elle est représentée par plusieurs accidents qui se répartissent essentiellement en trois familles principales de cassures de directions proches d'E - W, du NE - SW et du NW - SE. Dans la région de Biskra, l'âge de ces déformations est atlasique (Chebbah 2007), il est Eocène moyen à l'Ouest (Chaiba) et fini ou post Pliocène à l'Est (chaîne de Rhélliss).

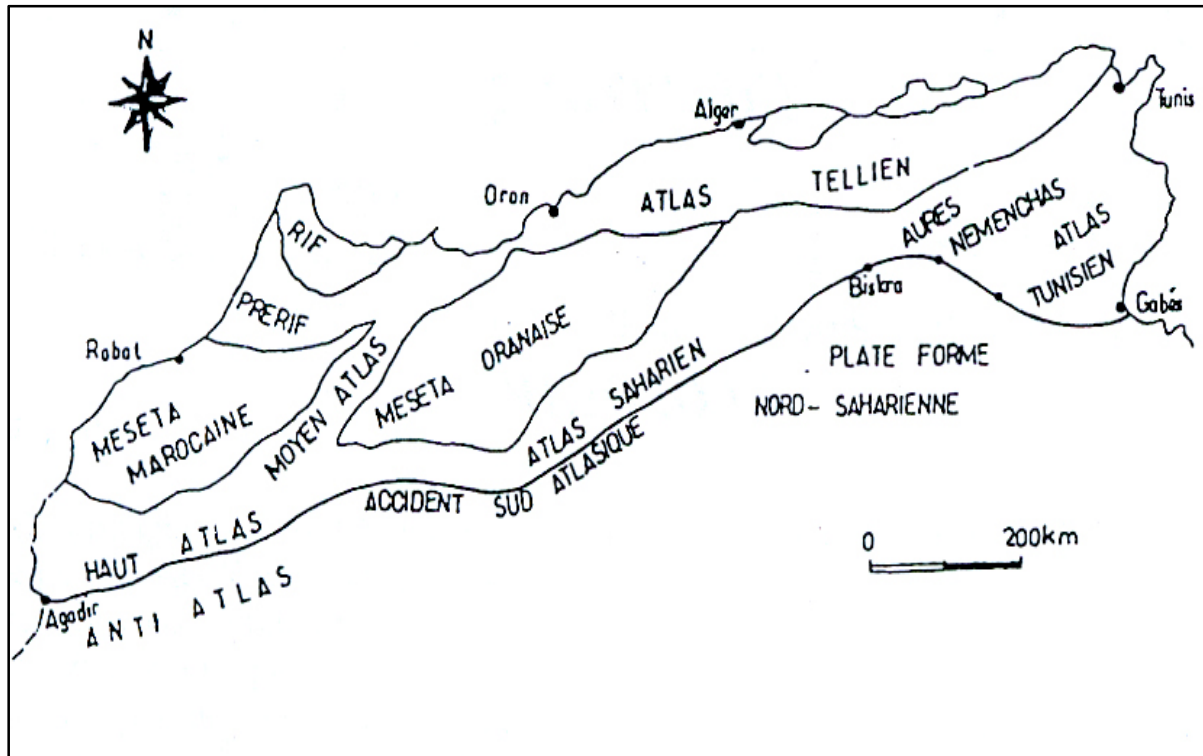


Fig.11. Tracé de la flexure Sud Atlasique (A.CAIRE, 1971)

I.2.3. Pointements triasiques

Dans l'Aurès et sur ses bordures, la couverture post-triasique a été percée de façon anormale par des affleurements de roches triasiques de taille et de composition lithologiques variables. Les plus importants de ces pointements sont : le dôme de sel de dj. El Melah d'El Outaya, (**Fig. 12**), le pointement de Maâfa, les injections de Menaâ et Nara, les petits pointements de Medina et de Tarzout Arioul et de Khenchela.

Ces extrusions triasiques se sont toujours percées en faveur des accidents importants et peu après le rejeu de ces derniers ; leur mise en place s'est déroulée aussi bien au cours de la phase éocène qu'au cours de la phase néogène, mais dans le premier cas, elles ont parfois légèrement rejoués pendant les phases ultérieures (Laffitte, 1939 et Guiraud, 1973).

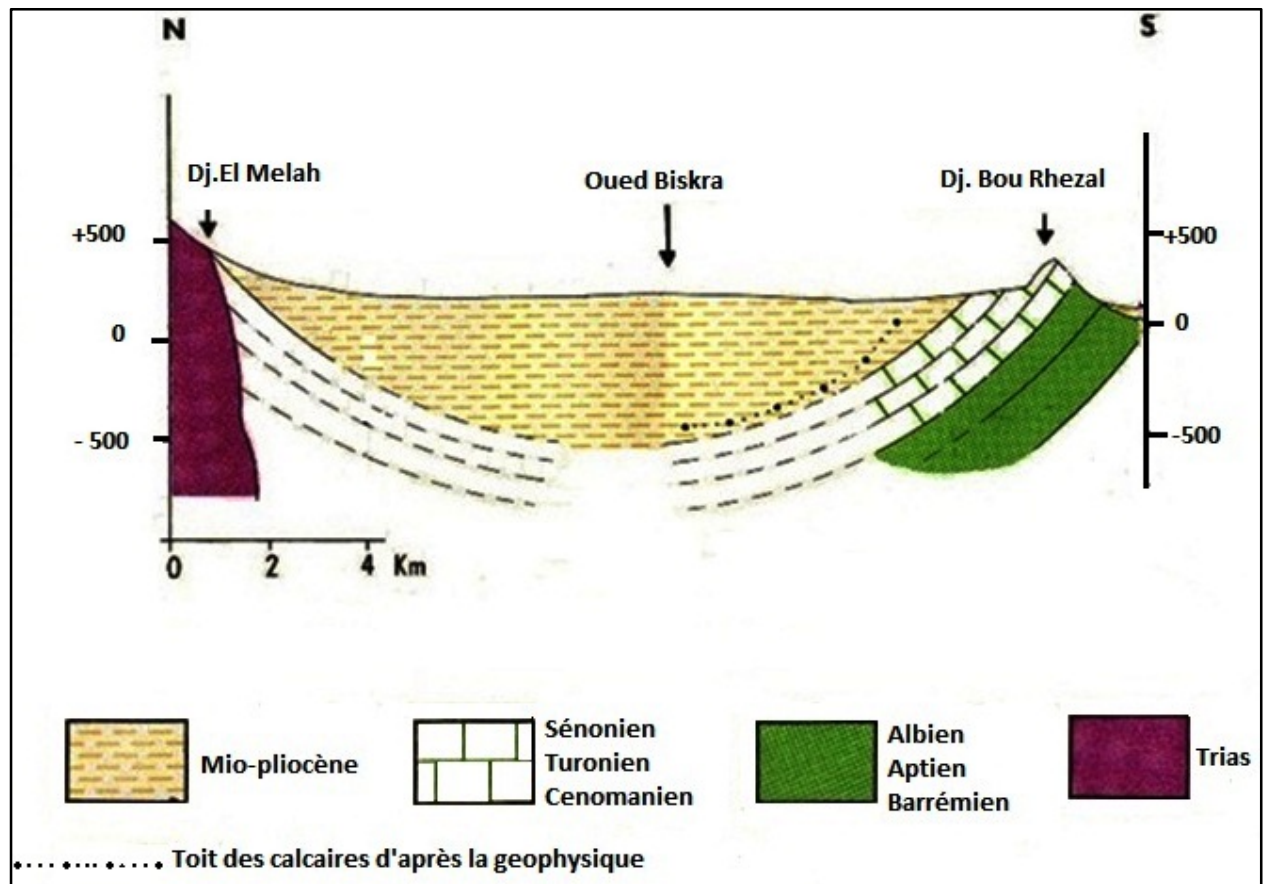


Fig.12. Diapir de Sel d'El-Outaya (D.E.M.R.H., (1980))

Conclusion

Le massif de l'Aurès constitue l'extrémité nord orientale de la chaîne atlasique ; il est constitué de dépôts sédimentaires qui montrent une grande diversité de faciès qui sont représentés par des dépôts mésozoïques, essentiellement détritiques au crétacé inférieur, à dominance marno-calcaires au jurassique et au crétacé supérieur ; quant aux dépôts cénozoïques, sont principalement à signature marno-calcaire à la base et détritiques au sommet.

La structure actuelle du massif de l'Aurès qui constitue la terminaison orientale de la chaîne atlasique résulte de l'action conjuguée de plusieurs phases tectoniques de styles, d'ampleurs et d'extensions variables. La phase tecto-orogénique majeure se situe durant l'Eocène moyen (phase atlasique), elle a engendré dans l'ensemble du domaine atlasique de vastes plis de type concentrique, dont l'orientation est suivant des directions N40 et N60. Elle a été suivie d'une phase compressive qui a engendré des structures E-W et a accentué et déformé les structures antérieures. Cette dernière (Guiraud R., 1973) qui a débuté au Miocène s'est accentuée à la fin du pliocène et se rapporte au quaternaire basal. Elle a affecté les régions méridionales du massif aurésien et principalement la chaîne de Djebel Rhélliss. Ces phases de

plissement ont été accompagnées de nombreux accidents qui se regroupent en trois familles principales : N-S et NE-SW (décrochement senestres), E-W (décrochement senestres et dextres) et NW-SE (décrochement dextres). Ces accidents ont favorisé, dans de nombreux endroits, la mise en place de plusieurs pointements triasiques de taille et de composition lithologique variables.



II. DEFINITIONS, STRUCTURES ET CLASSIFICATION DES MINÉRAUX ARGILEUX

II. DEFINITIONS, STRUCTURES ET CLASSIFICATION DES MINÉRAUX ARGILEUX

Introduction

L'argile est un matériau de la couche superficielle de l'écorce terrestre (Caillère et al., 1989). Elle se forme le plus souvent par altération des minéraux de roches sous l'action des eaux. Le mot argile (Fagel, 2015) englobe deux connotations, l'une liée à la taille des grains, ce sont des particules de taille inférieure à $2\mu\text{m}$, l'autre à la minéralogie ce sont des silicates phylliteux ou semi phylliteux hydratés. Il y a lieu de distinguer entre les minéraux argileux et les roches argileuses formées majoritairement par un mélange de ces derniers. Généralement on distingue :

❖ **les roches argileuses** qui sont des formations sédimentaires composées d'un mélange de minéraux argileux auxquels viennent s'associer le plus souvent des minéraux accessoires tels que le quartz, les carbonates, les oxydes et de la matière organique. Elles sont tendres et rayables à l'ongle, fragiles à l'état sec, faisant pâte avec l'eau, et durcissent à la cuisson. Elles sont souvent sans stratification apparente (argilite), mais peuvent aussi être litées, rubanées (shales).

❖ **Les minéraux argileux** : Ce sont des phyllosilicates hydratés se présentant en très petits cristaux (quelques μm), en plaquettes hexagonales ou parfois en fibres. Arrangés en feuillets composés par une combinaison de couches tétraédriques (T) et de couches octaédriques (O). Le caractère argileux (Caillère et al., 1982) est lié à quatre types de critères :

- ✓ **Division**: D'après la convention internationale, les minéraux doivent se présenter à l'état de particules de très petites tailles inférieures à $2\mu\text{m}$.
- ✓ **Facies**: leurs particules dissymétriques à tendance lamellaire peuvent glisser les unes sur les autres, ce qui leur confère la plasticité ; cette forme favorise également le piégeage de molécules liquides en particulier de l'eau.
- ✓ **Dispersion**: ces espèces doivent pouvoir constituer la suspension colloïdale plus ou moins stable avec l'eau. Les propriétés interfaciales doivent donc jouer un grand rôle.
- ✓ **Constitution chimique**: ce sont des silicates, car seuls, ces composés semblent pouvoir être caractérisés par les propriétés qui viennent d'être évoquées.

Ces considérations conduisent à souligner le caractère de phyllosilicates, terme par lequel sont souvent désignés.

Les minéraux argileux sont des phyllosilicates d'alumine hydratés dont la charpente est constituée par des ions d'oxygènes et des hydroxyles (Caillère et al., 1989). La neutralité

et le maintien de la structure sont assurés par des cations de faibles dimensions qui peuvent se loger dans les cavités situées entre les éléments oxygénés ; un tel dispositif se traduit par une structure de base à quatre niveaux d'organisation :

- Les plans qui sont constitués par des atomes.
- Les feuillets tétraédriques ou octaédriques qui sont formés par une combinaison de plans.
- Les couches correspondant à des combinaisons de feuillets.
- Le cristal résulte de l'empilement de plusieurs couches.

II.1. Structure de base des minéraux argileux

Les minéraux argileux sont formés par l'empilement des feuillets élémentaires résultant de l'empilement de deux motifs de couches de base : une couche tétraédrique siliceuse (T) (**Fig. 13**) et une couche octaédrique alumineuse (O) (**Fig. 14**). L'équidistance basale «d» ou la réflexion de base, est la somme des épaisseurs du feuillet et de l'inter feuillet (**Fig. 15**).

Ces couches tétraédriques ou octaédriques sont donc formées par la superposition de plans d'oxygènes délimitant des cavités de forme tétraédrique ou octaédrique. La stabilité du feuillet est assurée par la présence de cations à l'intérieur de ces cavités. Dans la couche tétraédrique, les sites sont occupés par des cations de Si^{4+} mais de fréquentes substitutions ont lieu avec Al^{3+} et plus rarement avec Fe^{3+} . Les sites octaédriques, quant à eux, sont généralement occupés par les cations Al^{3+} , éventuellement substitué par Fe^{2+} surtout Mg^{2+} , pour les couches de type dioctaédrique et Mg^{2+} pour les couches trioctaédrique.

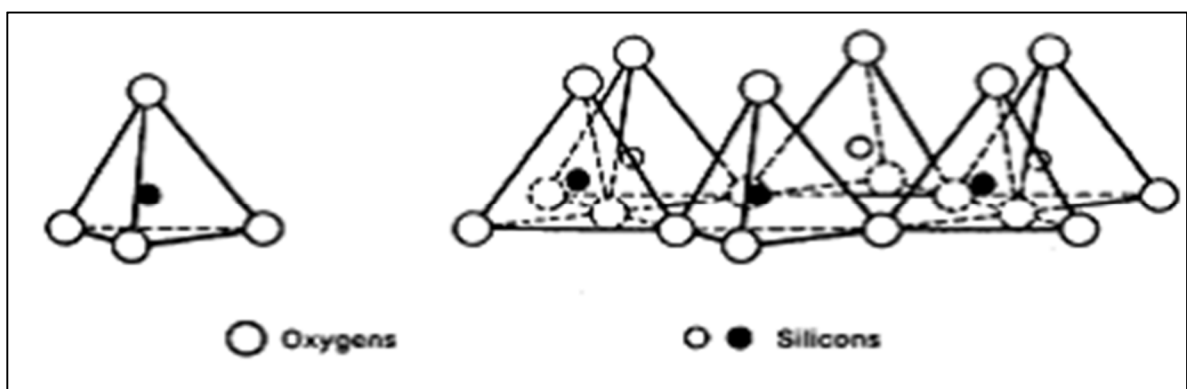


Fig.13. Représentation d'un feuillet tétraédrique (Eslinger & Peaver, 1988).

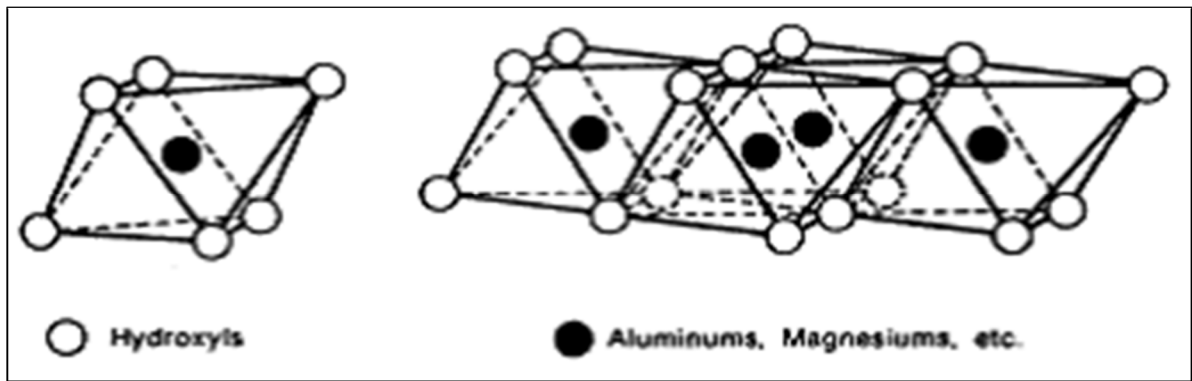


Fig.14. Représentation d'un feuillet octaédrique (Eslinger & Peaver, 1988)

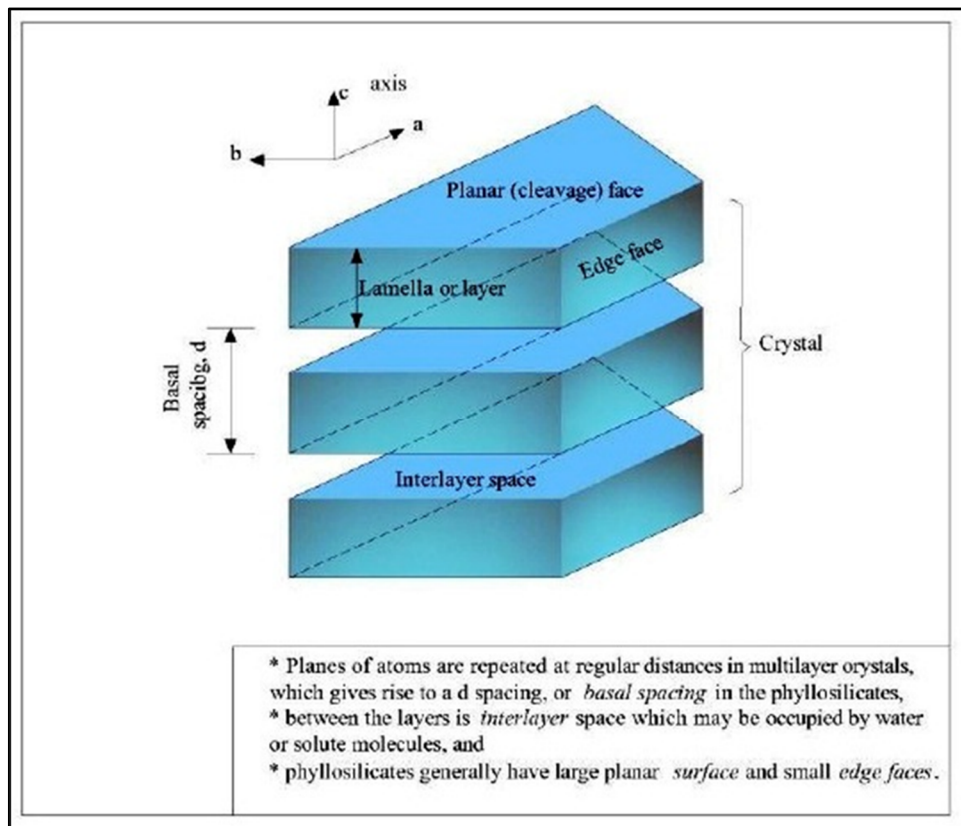


Fig. 15. Structure générale des phyllosilicates (White, 1999).

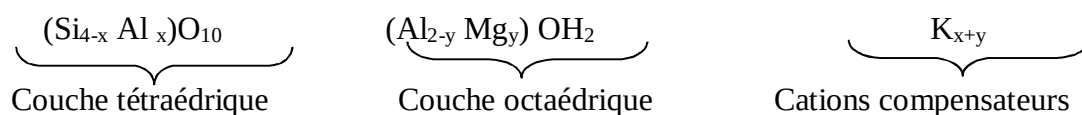
II.2. Formule générale des minéraux argileux

Les minéraux argileux (Meunier, 2003), sont essentiellement constitués de silicium et d'aluminium, d'oxygène et d'ions hydroxyles (OH) organisés en couches de deux types selon que les oxygènes ou hydroxyles sont associés en tétraèdres ou en octaèdres.

Les couches d'octaèdres et tétraèdres s'accrochent selon des plans, par mise en commun d'oxygènes (O) ou d'hydroxyles (OH), ce qui dessine une structure en feuillets séparés par des

espaces interfoliaires. Du fait de la possibilité de substitutions partielles de Si^{4+} par Al^{3+} dans les tétraèdres, de Al^{3+} par Mg^{2+} , Fe^{2+} ou Fe^{3+} , dans les octaèdres, il peut apparaître des déficits de charges positives, qui sont alors compensés par l'insertion de cations ou d'eau dans les espaces interfoliaires.

La formule générale conventionnelle des minéraux argileux est du type :



II.3. Critères de classification des minéraux argileux

La classification des minéraux argileux fait intervenir plusieurs paramètres (Caillère et *al.*, 1982 ; Millot, 1964), dont les plus importants sont :

Le mode d'association des couches tétraédriques et octaédriques entre elles :

- le caractère tri ou dioctaédrique du plan octaédrique ;
- le caractère continu ou discontinu du plan octaédrique ;
- les défauts structuraux, la taille des feuillets, ainsi que leur forme ;
- les paramètres décrivant le mode d'empilement des lamelles dans une particule de taille finie et précisément :
 - le nombre de lamelles d'un empilement (pouvant varier d'une dizaine à une centaine).
 - la nature, et l'épaisseur de l'espace interfoliaire.
 - le caractère mono ou polyphylliteux d'un empilement.
 - Dans le cas d'interstratification, déterminer le mode de succession entre les feuillets (alternance régulière ou distribution aléatoire).

II.4. Les différents types de minéraux argileux

La classification la plus complète des minéraux argileux est celle adoptée par Caillère et *al.*, (1982), qui prend en considération tous les critères et les paramètres suscités.

Cette classification correspond au schéma international, qui envisage trois niveaux : Le groupe, le sous-groupe et l'espèce (**Fig. 16**).

a) le groupe

Le groupe est caractérisé par l'épaisseur du feuillet qui peut être 7, 10 ou 14 Å. On distingue :

- ✓ Les minéraux 1 :1 ou (Te - Oc) : La couche est formée d'un feuillet tétraédrique et d'un feuillet octaédrique ; l'épaisseur de la couche étant d'environ 7Å: groupe de la kaolinite, serpentine.
- ✓ Les minéraux 2 :1 ou (Te - Oc - Te) : La couche est formée d'un feuillet octaédrique et de deux feuillets tétraédriques dans les deux côtés ; l'épaisseur de la couche étant d'environ 10Å: groupe de talc, mica, montmorillonite.
- ✓ Les minéraux 2 :1 :1 ou (Te – Oc - Te et Oc) : La couche est formée de trois feuillets tétraédrique -octaédrique -tétraédrique et un autre feuillet octaédrique isolé ; l'épaisseur de la couche étant d'environ 14Å: groupe des chlorites.

b) Le sous-groupe

Chacun des trois groupes cités ci-dessus se subdivise en deux sous-groupes suivant que les couches octaédriques sont di ou tri octaédriques.

c) Espèces ou familles

L'espèce (famille) n'est pas définie par des propriétés homogènes. Elle peut être la nature des cations octaédriques ou l'empilement des feuillets.

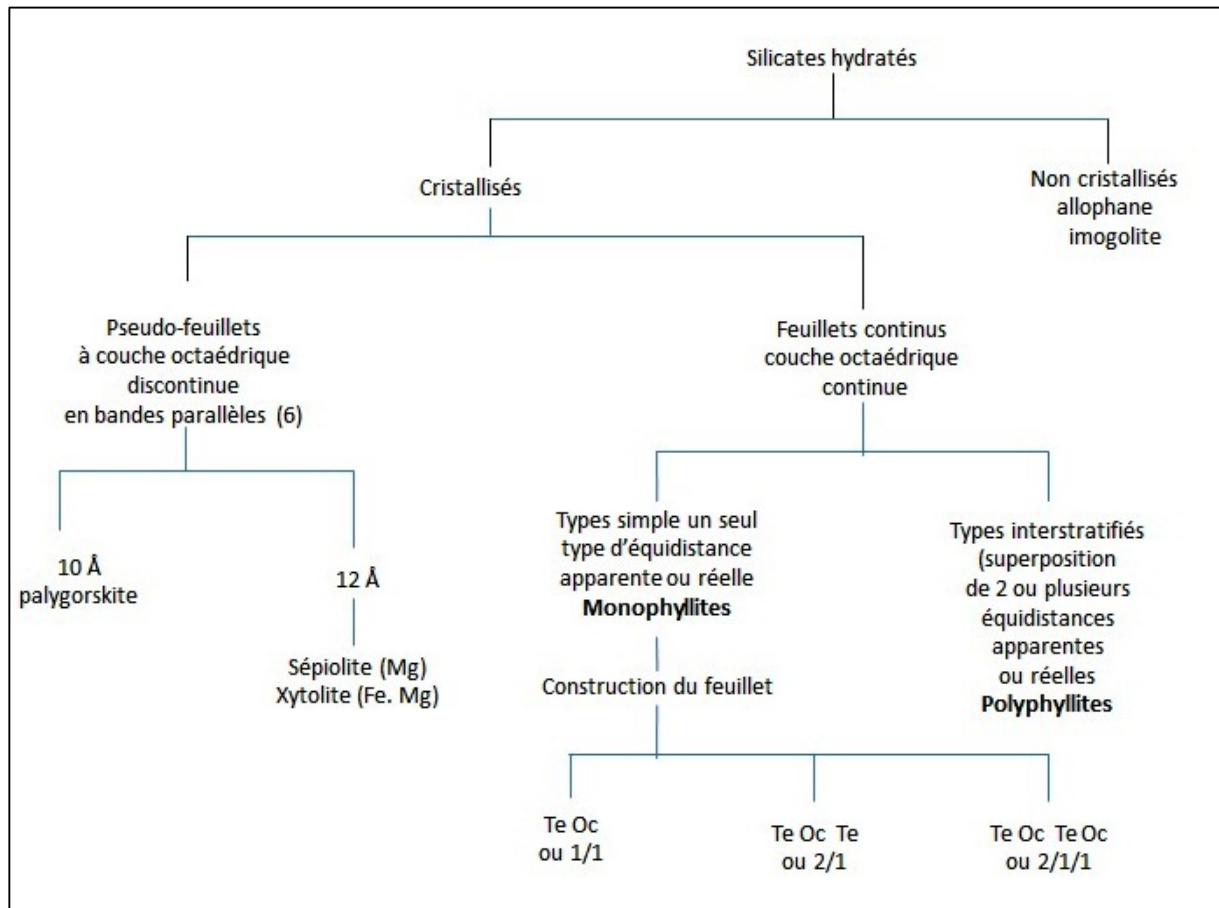


Fig.16. Classification générale des minéraux argileux, (S. Caillière et al, 1982)

II.5. Nomenclature des minéraux argileux

Notre objectif n'est pas de les décrire exhaustivement, mais plutôt de donner une description de structure susceptible de représenter l'ensemble des minéraux de ce groupe, c'est pourquoi nous nous limiterons aux principaux groupes selon la classification adoptée par Caillière et *al.* (1982).

II.5.1. Les Monophyllites

Ce sont les minéraux constitués par l'empilement de feuillets d'un même type. Selon l'épaisseur des feuillets, on distingue :

a. Les minéraux 1 : 1 ou Te-Oc (Fig. 17)

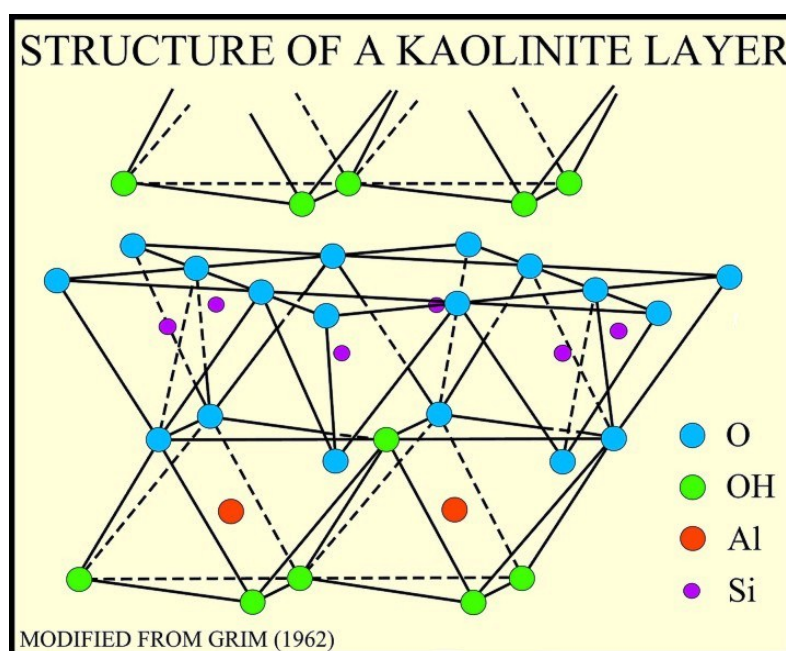


Fig.17. Structure d'un minéral de type 1 : 1 (cas de la kaolinite) Grim, 1962.

Selon que la couche octaédrique est dioctaédrique ou trioctaédrique, ce groupe comprend les familles des minéraux suivants (**Fig. 18**) :

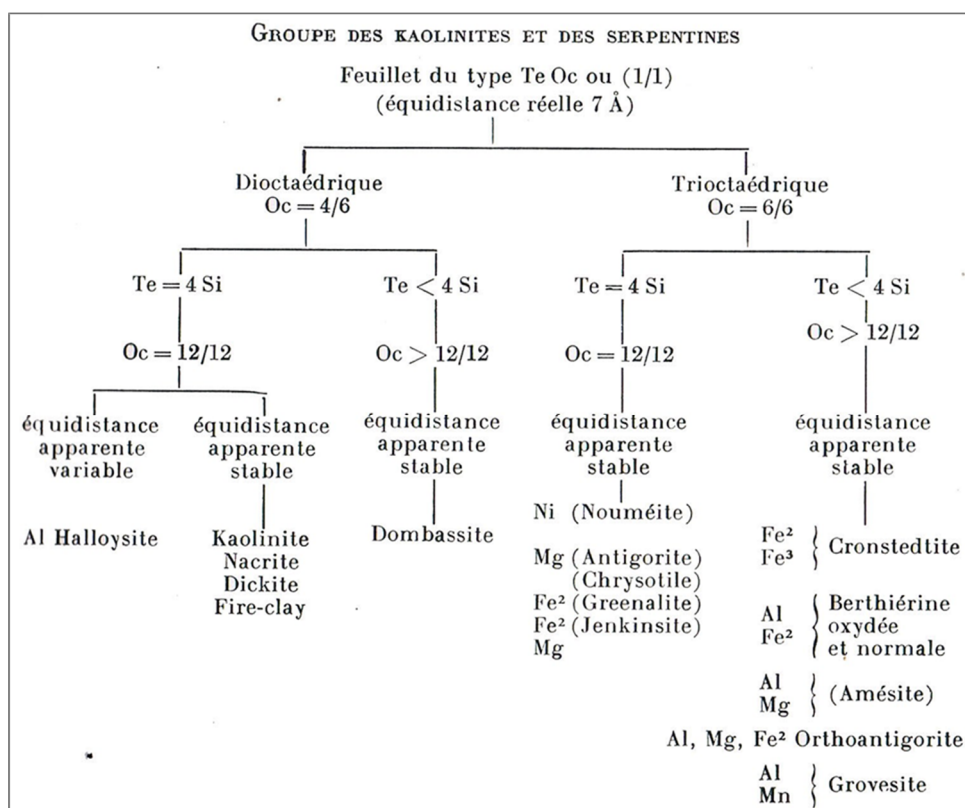


Fig.18. Classification des minéraux argileux du sous-groupe (Te -Oc), (S. Caillère et al., 1982)

b. Les Minéraux 2 :1 ou Te- Oc- Te (Fig. 19 et Fig. 20)

Dans ces minéraux, des substitutions cationiques sont souvent observées. Elles correspondent au remplacement de Si^{4+} par Al^{3+} et/ou Fe^{3+} dans les tétraèdres ou à celui d' Al^{3+} par Fe^{2+} , Mg^{2+} ou Mn^{2+} dans les octaèdres.

Il peut éventuellement s'agir de la substitution de Li^{+} , à Fe^{2+} ou Mg^{2+} dans ces derniers.

Ces substitutions cationiques créent un déficit de charge compensé par la présence dans l'espèce interfoliaire de cations K^{+} , Na^{+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} éventuellement.

Selon l'importance de cette substitution, on distingue différentes familles appartenant à ce groupe dont les plus importantes sont (Fig. 21 et Fig. 22)

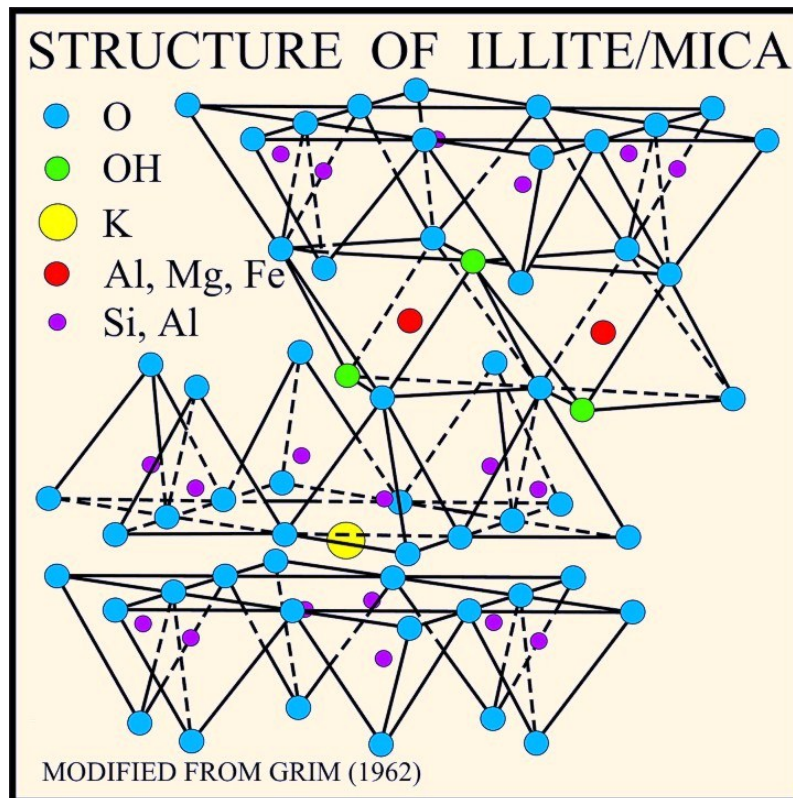


Fig.19. Représentation schématique de l'empilement des tétraèdres et des octaèdres d'un minéral de type 2:1 : cas de l'Illite (GRIM, 1962).

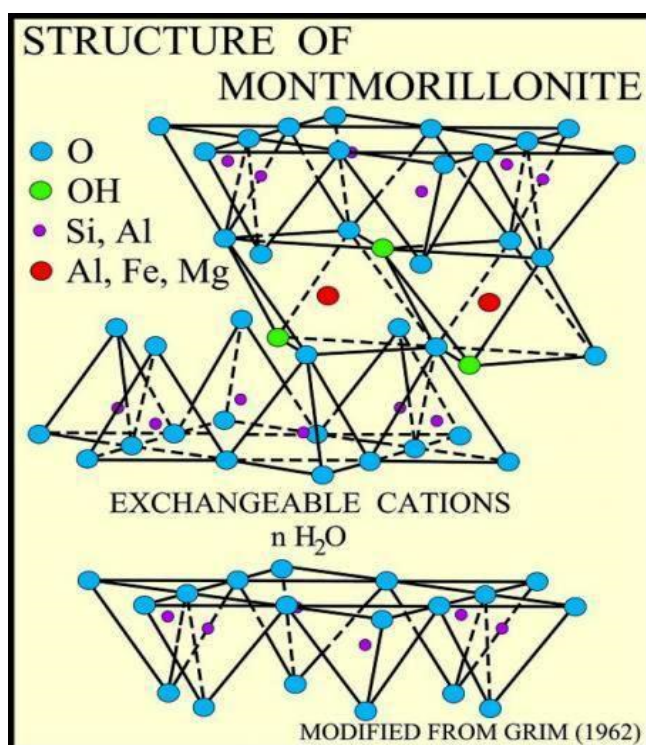


Fig. 20. Représentation schématique de l'empilement des tétraèdres et des octaèdres d'un minéral de type 2:1: cas de la Montmorillonite (GRIM, 1962).

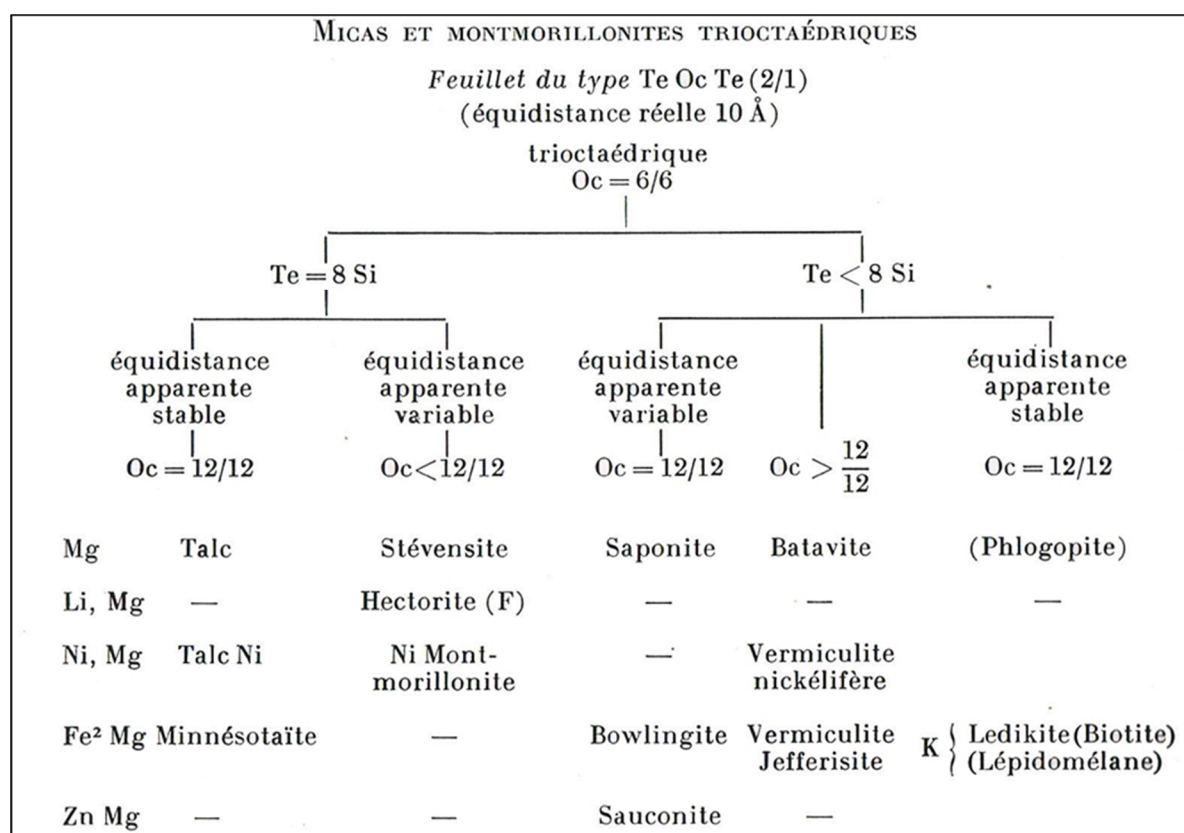


Fig. 21. Classification des minéraux argileux avec couches trioctaédriques du sous-groupe (Te-Oc-Te), (S. Caillère et al, 1982).

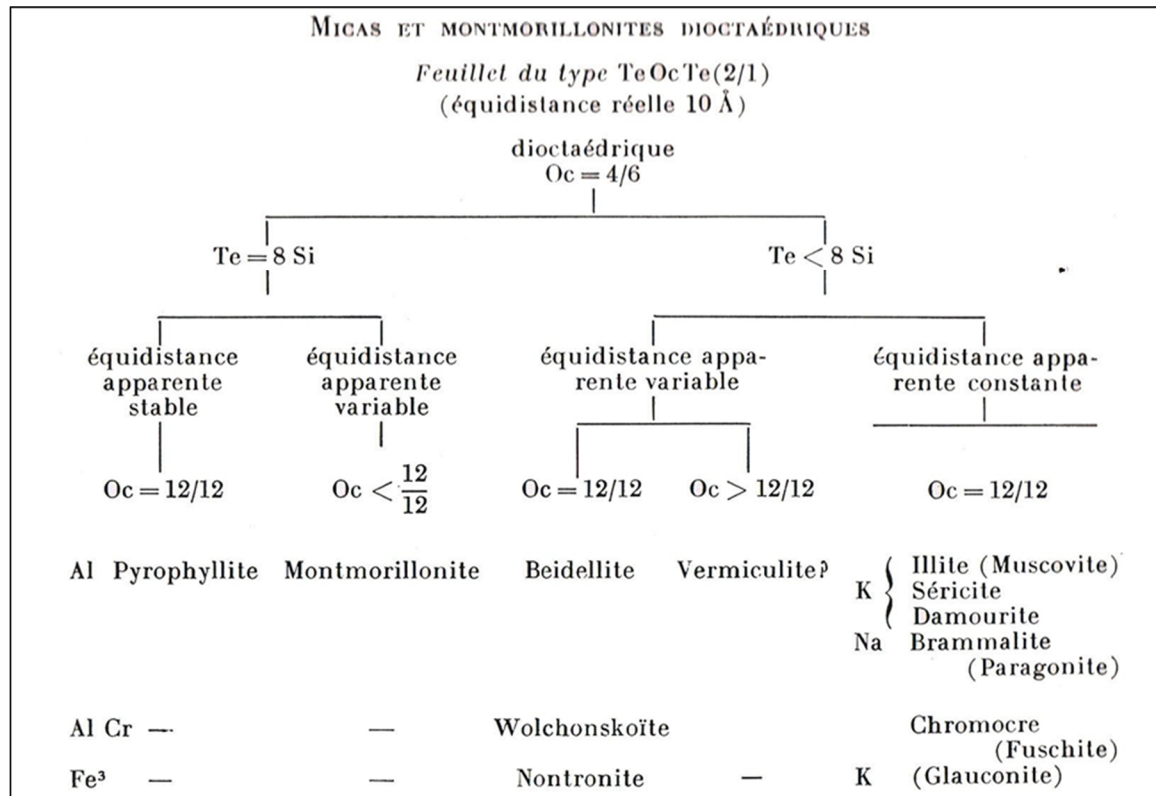


Fig. 22. Classification des minéraux argileux avec couches octaédriques du sous-groupe (Te-Oc-Te), (S. Caillère et al., 1982).

c. Les minéraux 2 : 1 : 1 ou (Te - Oc - Te - Oc) (Fig. 23)

Les minéraux appartenant à ce groupe, sont constitués d'une alternance régulière de feuillets Te Oc Te (de type 2 : 1) : type mica et de feuillet octaédrique de type brucitique.

Ce groupe se subdivise en deux sous-groupes (**Tab. 2**)

- ❖ **Les chlorites vraies** : sont des minéraux dans lesquels les feuillets mica sont reliés entre eux par un feuillet brucitique, chargé positivement et ayant de ce fait une équidistance stable quand ils sont imbibés de glycérol.

Deux sous-groupes de substitution sont envisagés dans ce cas, définis par le caractère di ou tri octaédrique de chacun des feuillets.

- ❖ **Les Pseudo chlorites ou chlorites gonflantes** : sont des minéraux intermédiaires entre les vermiculites, montmorillonite et les chlorites.

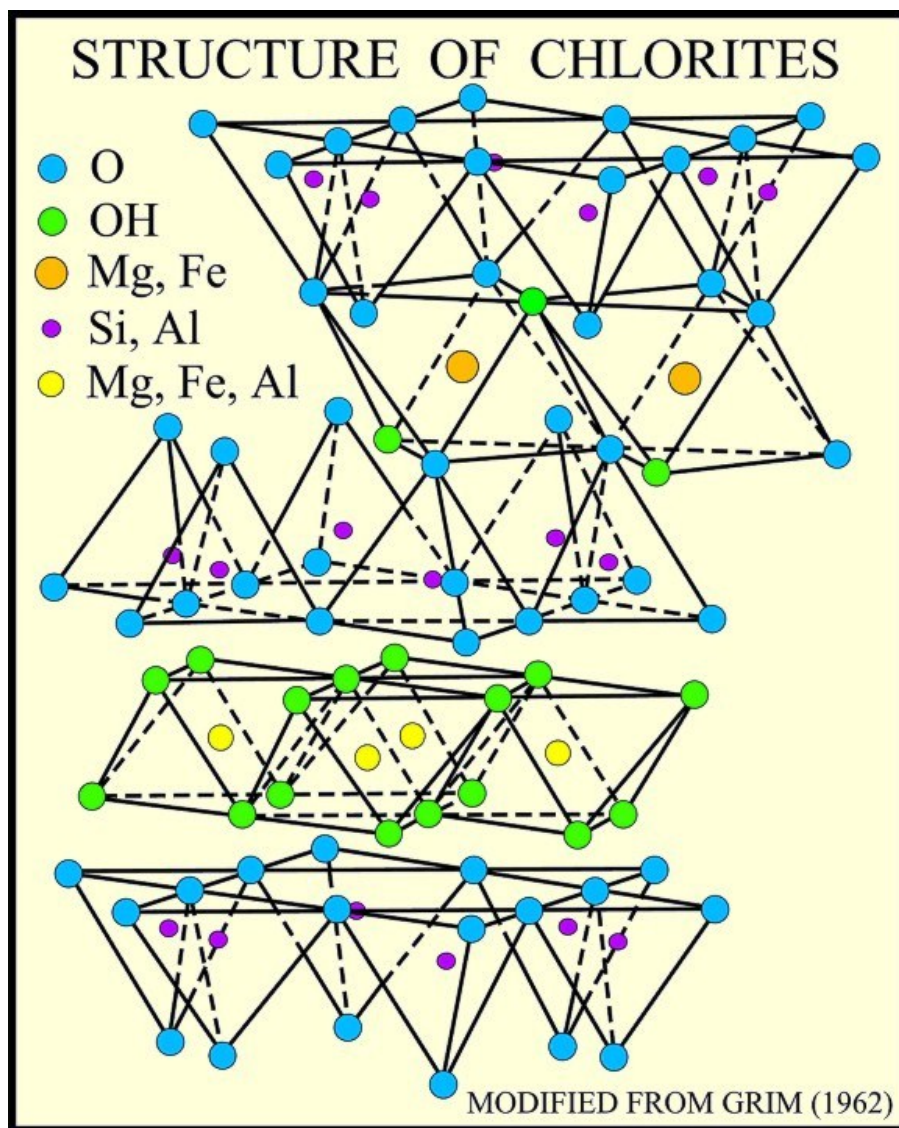


Fig. 23. Représentation schématique de l'empilement des tétraèdres et des octaèdres d'un minéral de type 2:1:1 : cas de la chlorite (GRIM, 1962).

Tab.02. Classification des minéraux argileux du sous-groupe (Te - Oc – Te - Oc),
(Caillère et al., 1982)

Pseudochlorites	Chlorite vraies (facies argileux, lepto-chlorites)			
Équidistance variable Couche d'hydroxyde plus au moins complète	Équidistance stable Couche d'hydroxyde normale			
Déficit de charge partiellement compensé par les cations échangeables. Énumérer la nature des deux couches octaédriques en se référant aux chlorites vraies	Feuillet mica 2 : 1			
	Dioctaédrique		Trioctaédrique	
	Couche d'hydroxyde		Couche d'hydroxyde	
	Dioctaédrique dombasite	Trioctaédrique manandonite [quelques substitutions de Si par B súdoïte cookéite	Dioctaédrique Pas d'exemple connu	Trioctaédrique Se subdivisent en tenant compte de l'importance des substitutions Si-Al puis de la nature des cations constituant les couches octaédriques
Comme variétés, il faut tenir compte des oxydations (substitutions Fe^{3+} à Fe^{2+} H) et de la manière dont les feuillets sont empilés 1T.2T.3T et les désordonnées X.				

II.5.2. Les Polyphyllites

II.5.2.1. Les minéraux interstratifiés

Les minéraux interstratifiés sont des minéraux argileux constitués par l'alternance de deux feuillets ou plus de nature et de proportions différentes (Milot, 1964). Il ne s'agit pas d'un simple mélange physique des différents composés, mais d'un minéral à part entière (Mac Ewan, 1949), on distingue essentiellement deux types d'édifices d'interstratifiés à savoir

- ❖ **Les interstratifiés réguliers** : dans lesquelles les feuillets de type différent alternent suivant une loi bien déterminée selon une périodicité plus au moins constante (**Fig. 24**)

- ❖ **Les interstratifiés irréguliers** : dans lesquelles l'alternance n'est régit par aucune loi, sont interstratifiés au hasard (**Fig. 24**).

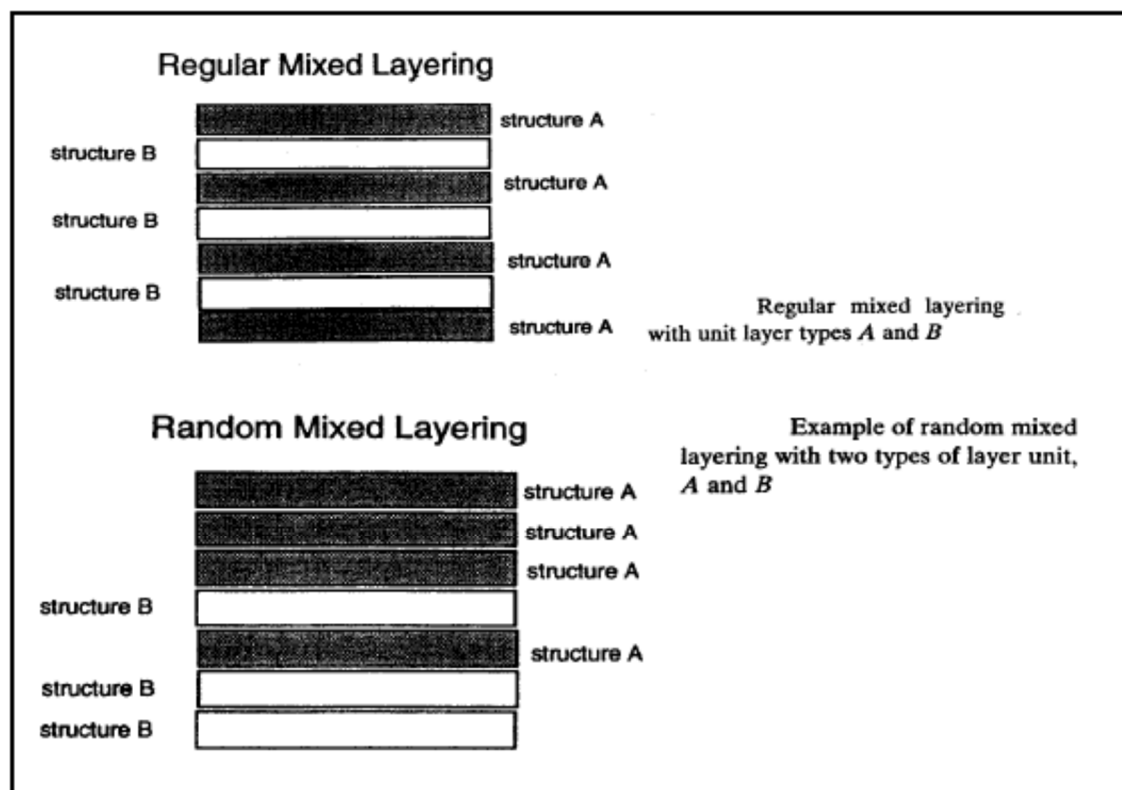


Fig. 24. Exemple de minéraux interstratifiés (Velde, 1995).

Les principaux minéraux interstratifiés (Milot, 1964) les plus fréquents et les plus reconnus dans les sols et les sédiments sont ceux issues de la combinaison deux à deux des feuillets de l'illite, montmorillonite, vermiculite et chlorite (**Fig. 25**).

Illite – montmorillonite : I-M	montmorillonite – Vermiculite : M-V
Illite – Vermiculite : I-V	montmorillonite – chlorite : M-C
Illite – chlorite : I-C	Vermiculite – chlorite : V-C

Fig.25. Les minéraux interstratifiés les plus fréquents (Milot, 1964)

II.5.3. Minéraux à pseudo-feuillets à faciès fibreux

Les minéraux de ce groupe appartiennent à deux familles, (les sépiolites et la palygorskite ou attapulgite). Leur caractère commun (Caillère, 1982 ; Millot, 1964 ; Meunier, 2003) est d'être constitués par des couches d'oxygène hexagonales continues, séparées alternativement par deux couches d'oxygène à assemblage compact dont l'empilement forme des octaèdres, mais qui s'étendent en un long ruban, dont la croissance est limitée à une seule dimension (**Fig. 26** et **Fig. 27**). Ces rubans sont disposés alternativement au-dessus et au-dessous de la couche continue d'oxygène à assemblage hexagonale de sorte que l'allongement des rubans dans la direction parallèle à la dimension de la maille allongée confère aux cristaux de ce groupe une apparence fibreuse ou en lattes (**Fig. 28**).

Ces rubans comporteraient cinq positions octaédriques dans le cas de la palygorskite et huit dans le cas de la sépiolite ce qui laisse proposer les formules chimiques idéales suivantes :

Sépiolite : $\text{Si}_{12}\text{Mg}_8\text{O}_{30}(\text{OH})_4(\text{OH H}^+)_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (pour la demi maille)

Palygorskite : $\text{Si}_8\text{Mg}_5\text{O}_{20}(\text{OH})_2(\text{OH H}^+)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (pour la demi maille)

Les molécules d'eau, mises en évidence dans les formules, sont logées dans les canaux avec les ions H ; ces derniers ayant pour rôle de compenser les déficits de charges dus aux effets de bordure.

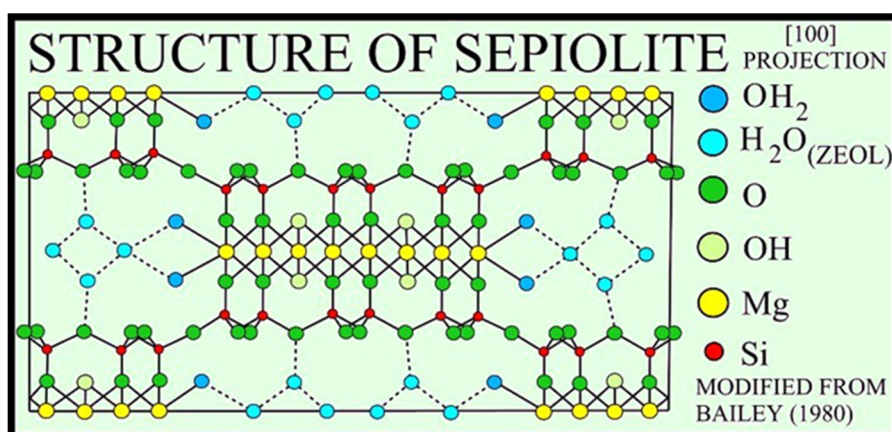


Fig. 26. : Structure de la sépiolite, (Bailey,1980)

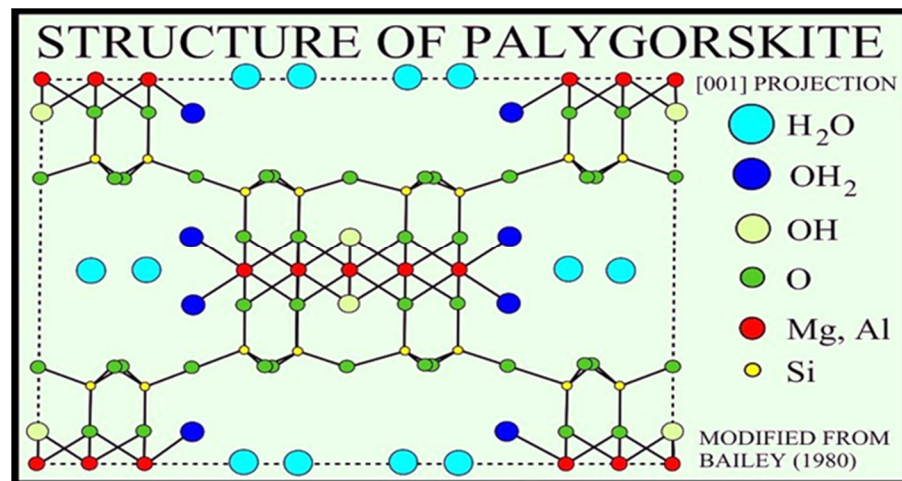


Fig. 27 : Structure de la palygorskite ,(Bailey,1980)

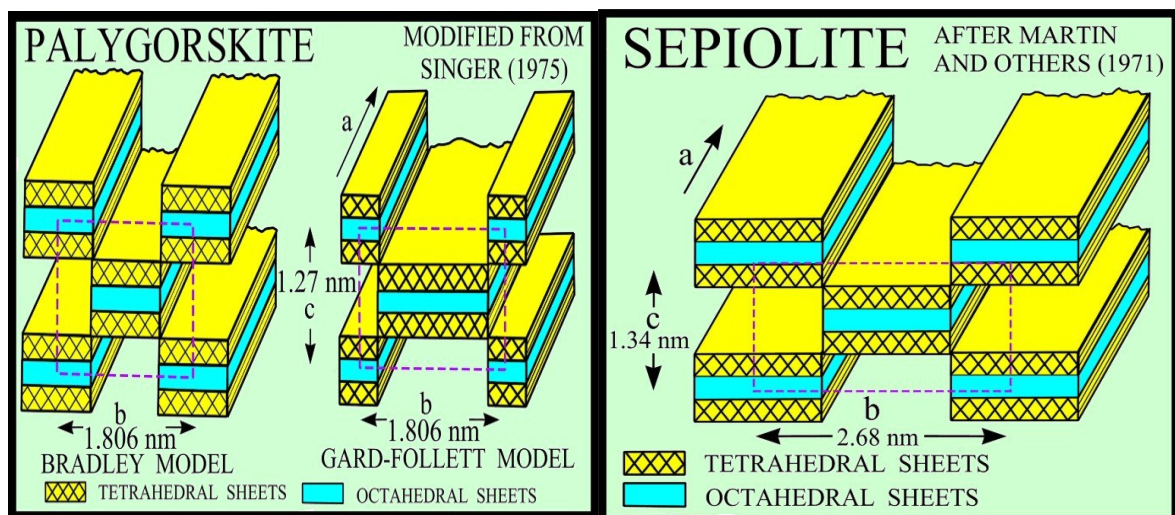


Fig.28. Aspect fibreux ou en latte de la palygorskite (Singer,(1975) ;in(L.J. Poppe, et al.,2002) et de la sépiolite (Martin et al. ,1971)

Conclusion

Les minéraux argileux Ce sont des phyllosilicates hydratés se présentant en très petits cristaux en plaquettes hexagonales ou parfois en fibres. Arrangés en feuillets composés par une combinaison de couches tétraédriques (T) et de couches octaédriques (O).leur classification et leur nomenclature sont basées sur plusieurs critères tel que le nombre des feuillets et leurs espacement ainsi que la nature des substitutions atomiques.

DEUXIEME PARTIE
MATERIELS & METHODES



III. MATERIELS

III- MATERIELS

Ce chapitre concerne une description des matériaux servant de supports aux travaux menés au cours de ce travail

Les formations géologiques ciblées dans ce travail (**Fig. 29**) sont des formations argileuses d'âge tertiaire, à savoir :

- ✓ Les formations argileuses d'âge éocène moyen (El Kantara, Ghoufi)
- ✓ Les formations argileuses d'âge miocène inférieur (Loutaya, Hammam Sidi El Hadj) ;
- ✓ Les formations argileuses d'âge miocène moyen (Loutaya, Manbaa el Ghozlane, Guedila Branis et Djammarah) ;
- ✓ Les formations argileuses d'âge miocène supérieur (Baniane)

À cet effet une campagne d'échantillonnage à l'affleurement a été effectuée à travers tout le secteur d'étude (**Fig.30**).L'opération a permis le prélèvement d'une centaine d'échantillons qui ont été tous préparés puis analysés par DRX dont le but d'explorer et de délimiter les différents sites d'étude .Les échantillons potentiels qui sont de l'ordre de 34 échantillons (voir coordonnées en annexe) ont fait l'objet d'analyses complémentaires approfondies .

La nomenclature des échantillons adoptée dans ce travail a été basé sur le lieu de prélèvement à savoir « BAN » pour le site de Baniane , « L » pour le site d'El Outaya « G » pour le site de Guedila, » « Dj » pour le site de Djammarah « AM » pour le gisement Ammouri « B » pour le gisement Babahoum « H » pour le site de Hammam Sidi El Hadj, « K » pour le site d'El Kantara , « ATT » pour le site de Ghoufi ,

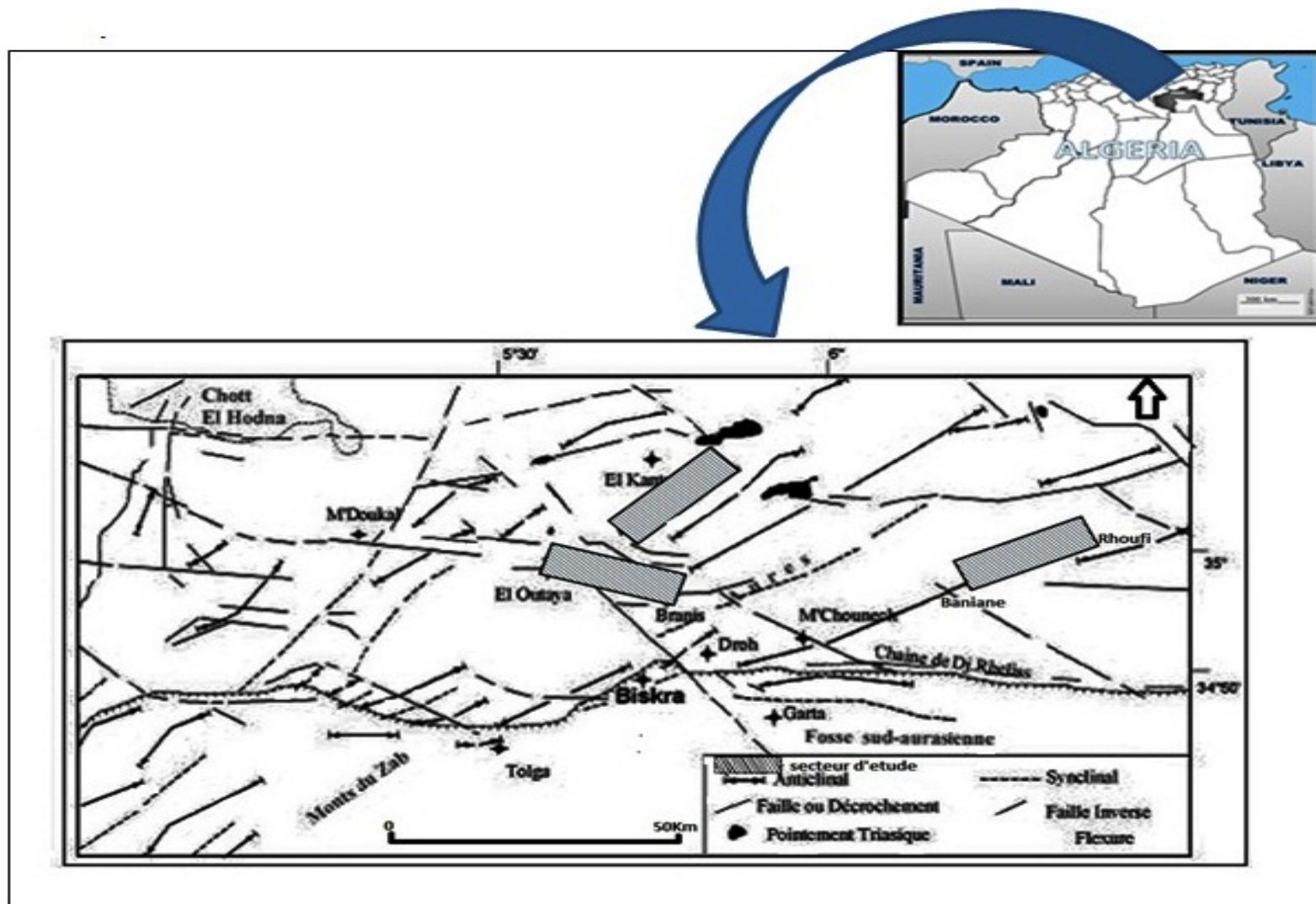
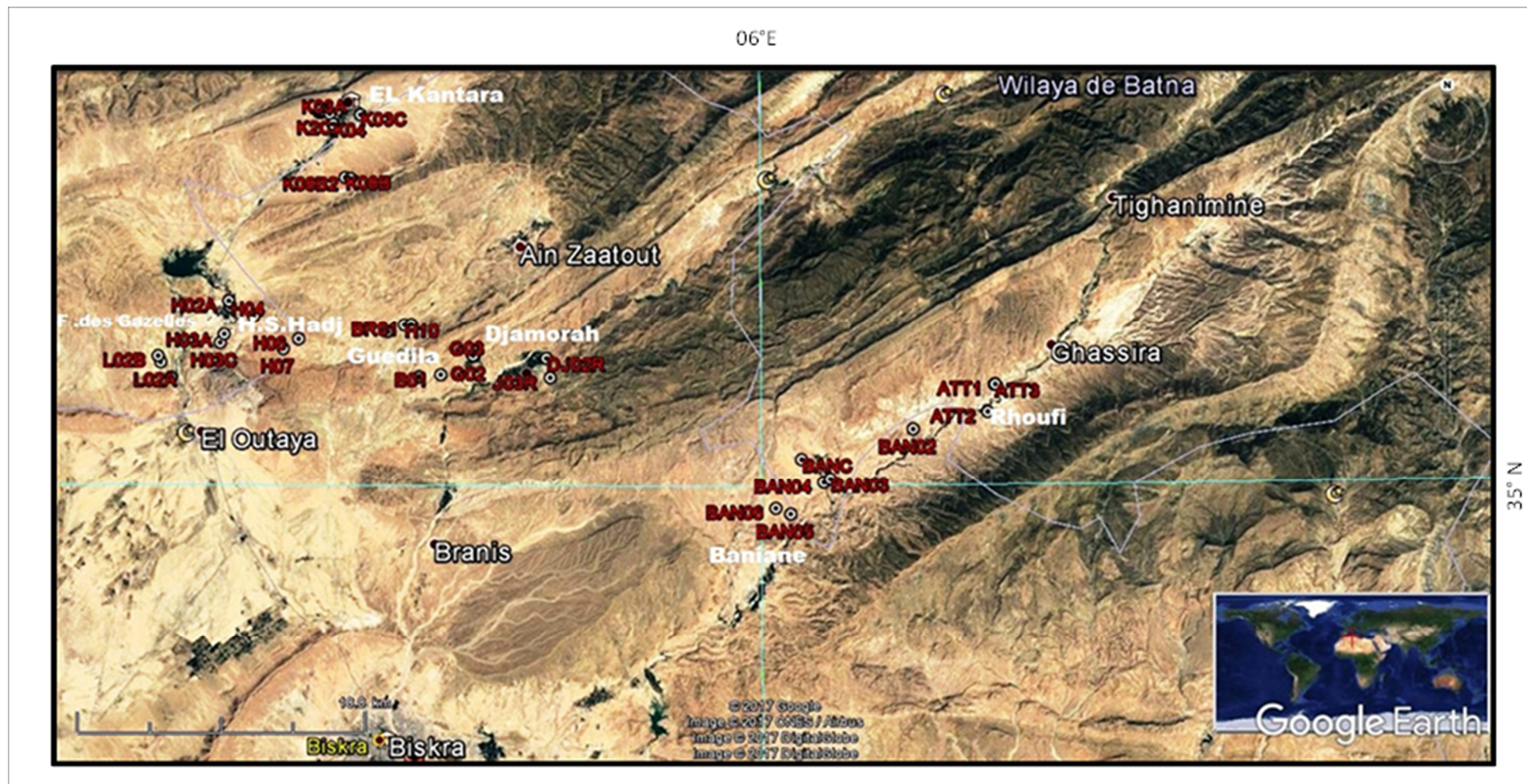


Fig. 29. Localisation des sites d'étude



III.1. Les formations argileuses de l'Eocène moyen

III.1.1. Synclinal d'El Kantara

Les formations visées dans cette étude sont représentées par des dépôts de marnes rouges à gypse (**photo. 01**) surmontés par des séries conglomératiques rouges dans le synclinal d'El Kantara attribués au Lutétien par Guiraud (1990) tandis que Laffitte (1939) les rattache à l'oligocène (**Fig. 31**).



Photo .01 . Affleurement des marnes rouges d'âge éocène moyen d'El Kantara

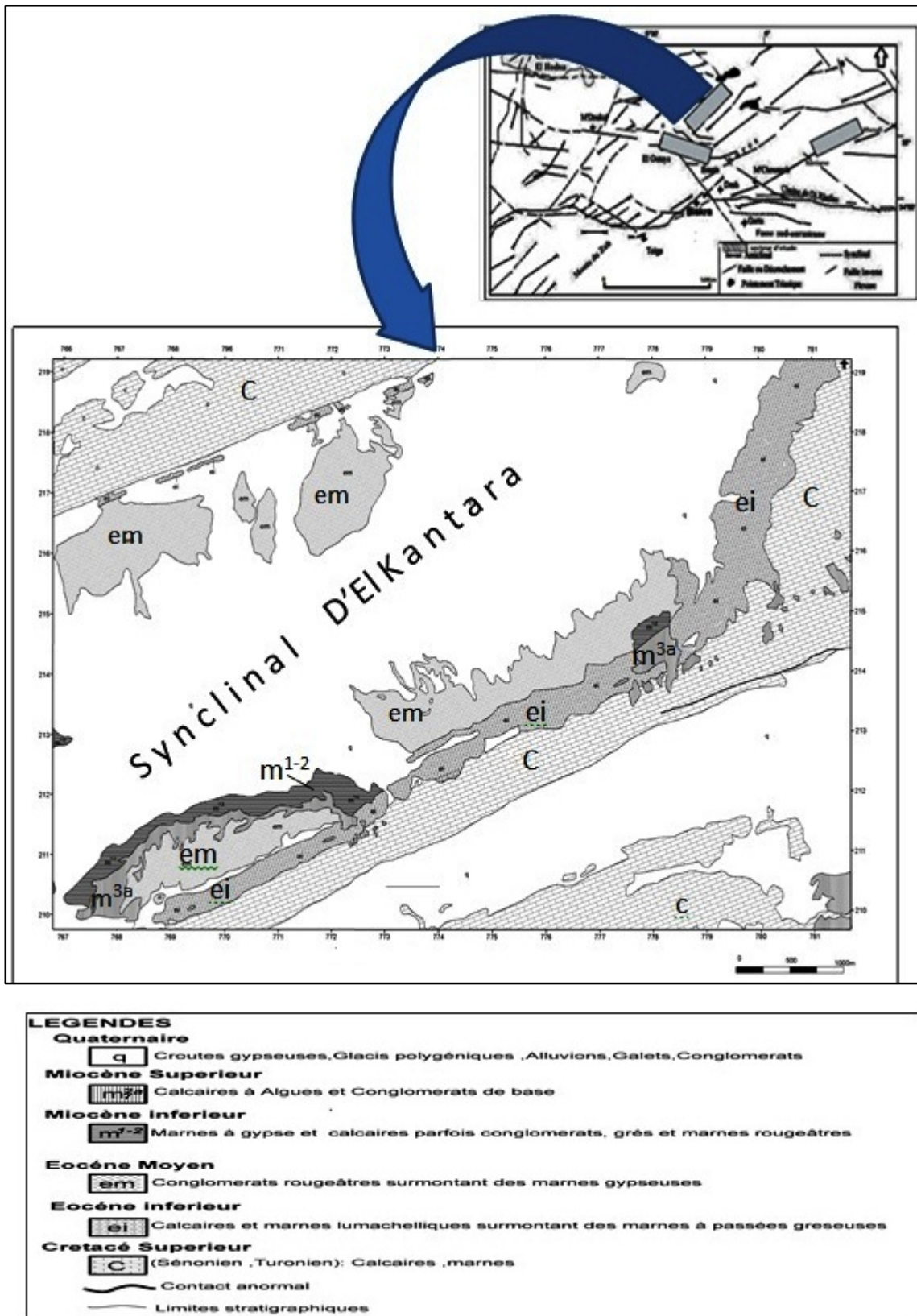


Fig. 31 : Carte géologique du synclinal d'El Kantara. «Extraite de la carte géologique d'El Kantara (Guiraud, 1972).

III.1.2. Synclinal de Rhassira (Ghoufi)

L'Eocène moyen (Lutétien) (**Fig. 32**) est bien développé dans le canyon de Rhassira, suite à ses particularités lithologiques, il est subdivisé en trois assises, (ORGM, 1970,2000):

a) L'assise inférieure :

C'est une assise carbonatée, d'une épaisseur de 30 à 40 m ; elle est représentée par des calcaires massifs, de couleur gris-clair à blanchâtre, renfermant des rognons de silex, intercalés à la base et au sommet par des bancs de marnes crayeuses. Ces dépôts carbonatés présentent des restes de Lamellibranches, d'Huîtres et de Gastéropodes. Ils passent à des calcaires gréseux et des marnes vers le sommet de l'assise.

b) L'assise moyenne :

C'est une assise marno-argileuse, constituée essentiellement, de marnes crayeuses et de calcaires argileux à marneux, bioclastiques, stratifiés et le plus souvent, intercalés avec des bancs de calcaire ou de gypse. Cette assise encaisse une couche d'argile magnésienne (Palygorskite), (objet de notre étude) (**photo. 02**) feuilletée gris-verdâtre à jaunâtre emballée le plus souvent entre des calcaires et des calcaires marneux. A la base de l'assise prédominent des bancs de calcaires à restes de Lamellibranches et Gastéropodes. La puissance de l'assise est de 40 m au Sud et de 10 à 15 m au Nord.

c) L'assise supérieure :

C'est une assise argileuse, constituée de faisceaux d'argiles gypseuses bariolées rouges, lilacées et vertes s'intercalant avec des calcaires, des marnes à passés de grés, des calcaires et du gypse. La puissance de l'assise est de 50 - 60m au Sud et de 100 m dans la partie septentrionale. La puissance totale de l'Eocène moyen (Lutétien) est de 100 à 200 m.



Photo .02 . Affleurement de la couche de la palygorskite de Rhoufi

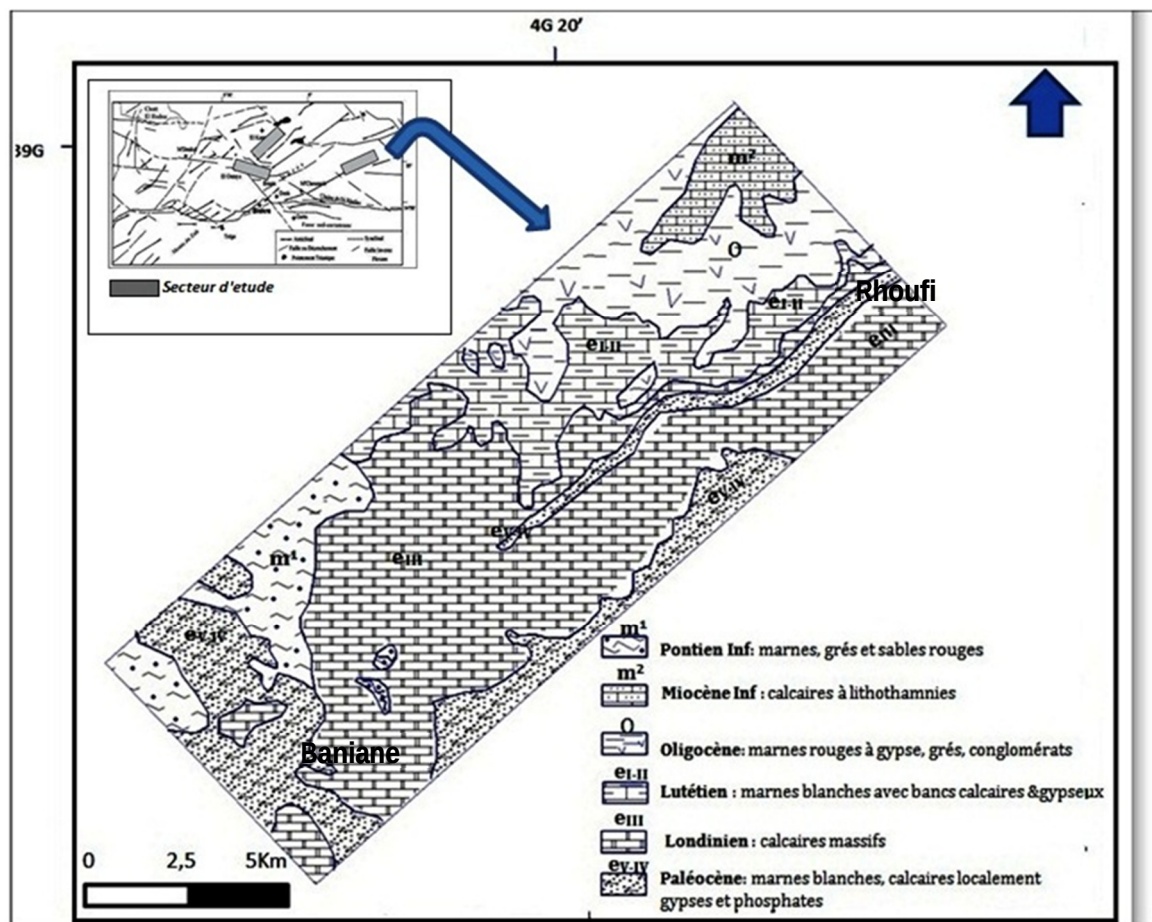


Fig. 32 : Carte géologique de la terminaison méridionale du synclinal de Rhassira «Extraite de la carte géologique des Aurès » (Lafitte, 1939).

III.2. Les formations argileuses du Miocène inférieur

III.2.1. Bassin d'El Outaya (Hammam Sidi El Hadj)

Les formations de cet étage, concernées dans cette étude sont des séries détritiques rouges à passées gréseuses du miocène 1 (m^1) et du miocène 2 (m^2) (**photo. 03**) renfermant vers le sommet des minces lits gypseux et surmontant l'assise basal du miocène inférieur qui est présentée par de puissantes séries conglomératiques. Cette dernière repose en discordance nette sur les terrains plus anciens (**Fig. 33**).



Photo .03 . Affleurement des marnes rouges d'âge miocène Inf. de Hammam sidi El Hadj

III.3. Formations argileuses du Miocène moyen (m^3 & m^4)

III.3.1. Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)

Les formations ciblées dans le présent travail (Guiraud, 1990) (**Fig. 33**) correspondent à une puissante série d'argiles gris violacées (m^{3b}) (**photo. 04**) renfermant une microfaune d'âge Langhien à Tortonien qui surmonte une dalle de calcaire à algues, oursins et polypiers d'âge Burdigalien et une série terminale du miocène (m^4) qui est constituée d'une puissante assise argileuse de couleur brune à rougeâtre (**photo. 05**) admettant des intercalations de grès rougeâtre, sa puissance reconnu par des sondage de prospection (ENDMC,1990) dépasse les soixante (60) m. Vers l'Est, dans le bassin de Djammarah, ces

formations deviennent très gypseuses, annonçant ainsi les faciès évaporitiques du Miocène supérieur de Branis.

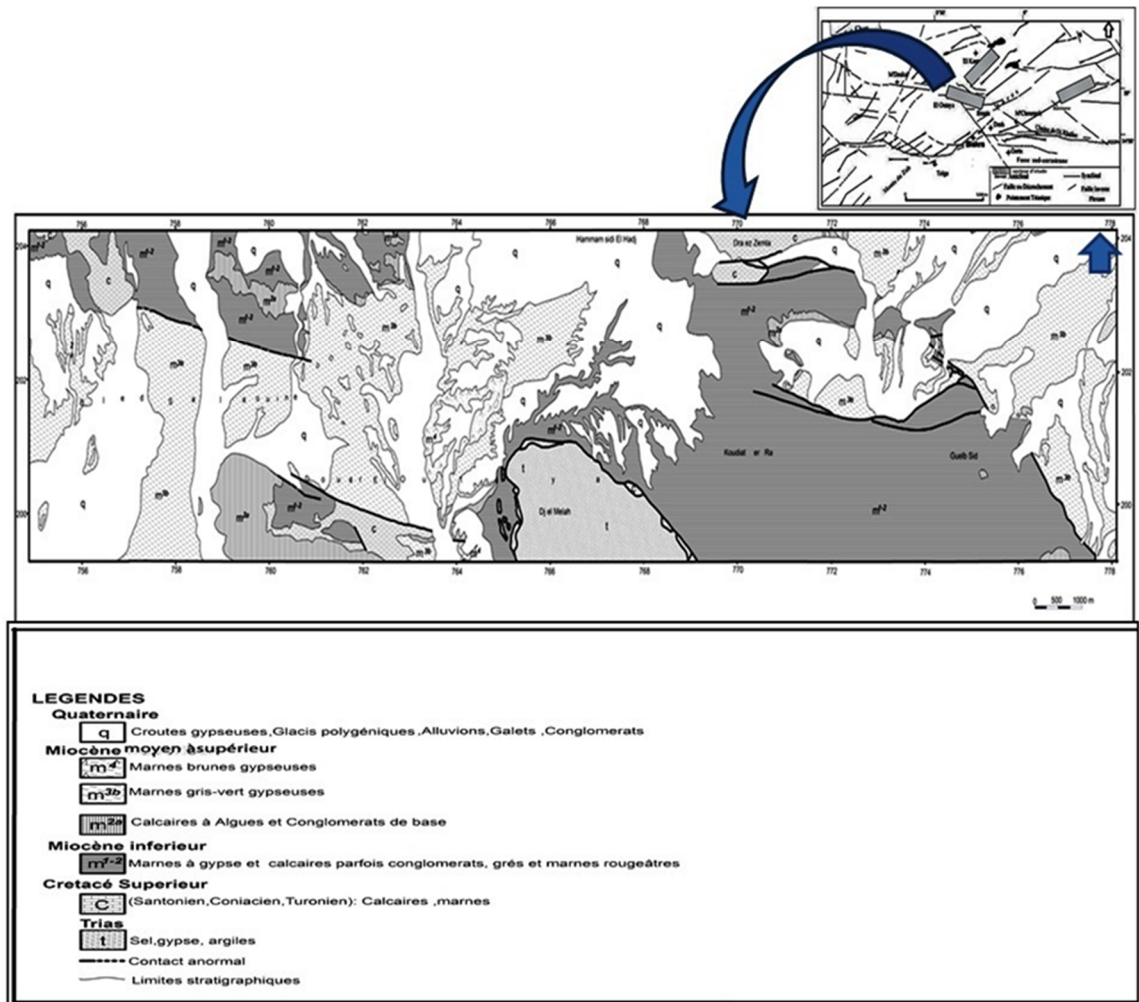


Fig. 33 : Carte géologique du bassin de Loutaya. «Extraite de la carte géologique d’El Kantara (Guiraud, 1972)



Photo .04 . Affleurement des argiles vertes d'âge miocène moyen de Fontaine des Gazelles



Photo .05 . Affleurement des argiles brunes d'âge miocène moyen sommital de Guedila

III.4. Les formations argileuses du Miocène supérieur

III.4.1. Synclinal de Rhassira (Baniane)

Le Miocène inférieur marin est surmonté dans les Aurès par des assises d'origine continentales que **Laffitte (1939)**, rattache au miocène supérieur (**Fig. 32**). Ces assises débutent à la base par des argiles rouges renfermant de nombreux bancs de gypse, surmontées par des grès ou sables brun ou rouges et se terminent par des poudingues rouges. En l'absence des fossiles, l'âge de ces séries (Laffitte, 1939) a été déterminé par analogie et parallélisme avec les faciès des bassins du sud constantinois et du sud tunisien. À cet effet, l'assise argileuse de base (**photo. 06**) (objet de notre étude) est rattachée au Tortonien, les sables, au pontien, tandis que les poudingues rouges au pliocène.



Photo .06 . Affleurement des argiles marneuses rouges d'âge miocène Sup. de Baniane



IV. METHODES

IV. METHODES

Introduction

Les techniques d'analyse des argiles (Thorez, 2000), sont extrêmement diversifiées en fonction des buts poursuivis et des utilisations fondamentales ou appliquées. La caractérisation de n'importe quel matériau argileux commence par celle de sa composition minéralogique et chimique (Kühnel, 1990). Ces dernières forment la base de son identification et donnent des indications sur ses propriétés physico chimiques qui seront déduites par des tests complémentaires.

La principale difficulté rencontrée lors de la caractérisation des formations argileuses provient essentiellement de leur caractère microcristallin, leur hétérogénéité et de leur structure phylliteuse, ce qui impose l'utilisation de méthodes très adéquates qui répondent à ces spécificités structurales. Les méthodes analytiques utilisées dans ce travail sont :

IV.1. La diffraction des rayons X. (XRD) :

La diffraction des rayons X. (XRD) consiste à bombarder un cristal par un faisceau de rayon X. d'une longueur d'onde connue, qui sera réfracté dans une direction donnée par chacun des familles de plans réticulaires du cristal à chaque fois que la condition de Bragg se trouve réalisée (**Fig. 34**).

$$n\lambda = 2d_{(hkl)} \sin\theta$$

- ✓ **n** : ordre de réflexion (nombre entier)
- ✓ **θ** : angle de réflexion ou angle de Bragg
- ✓ **$d_{(hkl)}$** : distance inter réticulaire des plans (hkl)
- ✓ **λ** : longueur d'onde du rayonnement utilisé.

Les minéraux argileux sont des phyllosilicates de très petite taille "< 2 μ m" (Holtzapffel, 1985) et leurs principaux caractères distinctifs restent l'équidistance entre les feuillets et sa variabilité. Ces spécificités rendent cette méthode analytique (DRX), la technique la plus appropriée pour l'étude et l'identification de ces phases minéralogiques (**Fig. 35**).

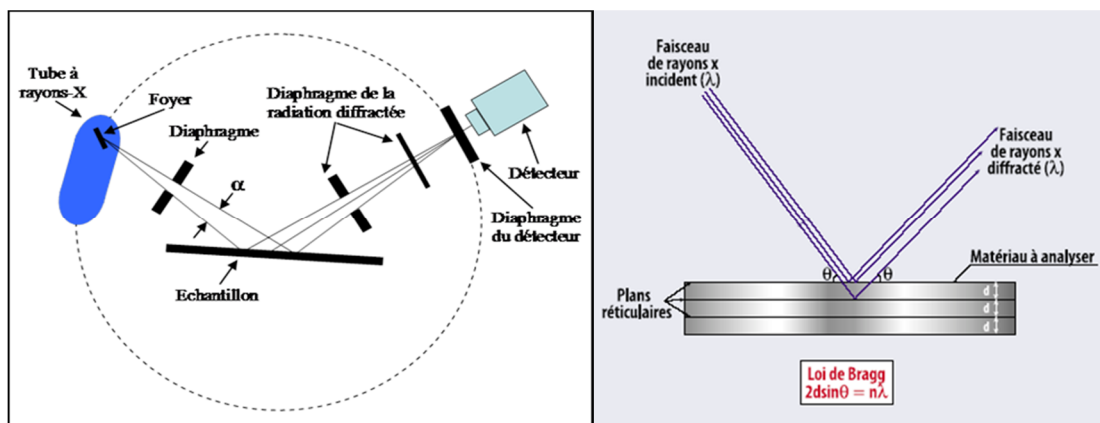


Fig. 34 : Représentation générale du principe de la diffraction des rayons X.

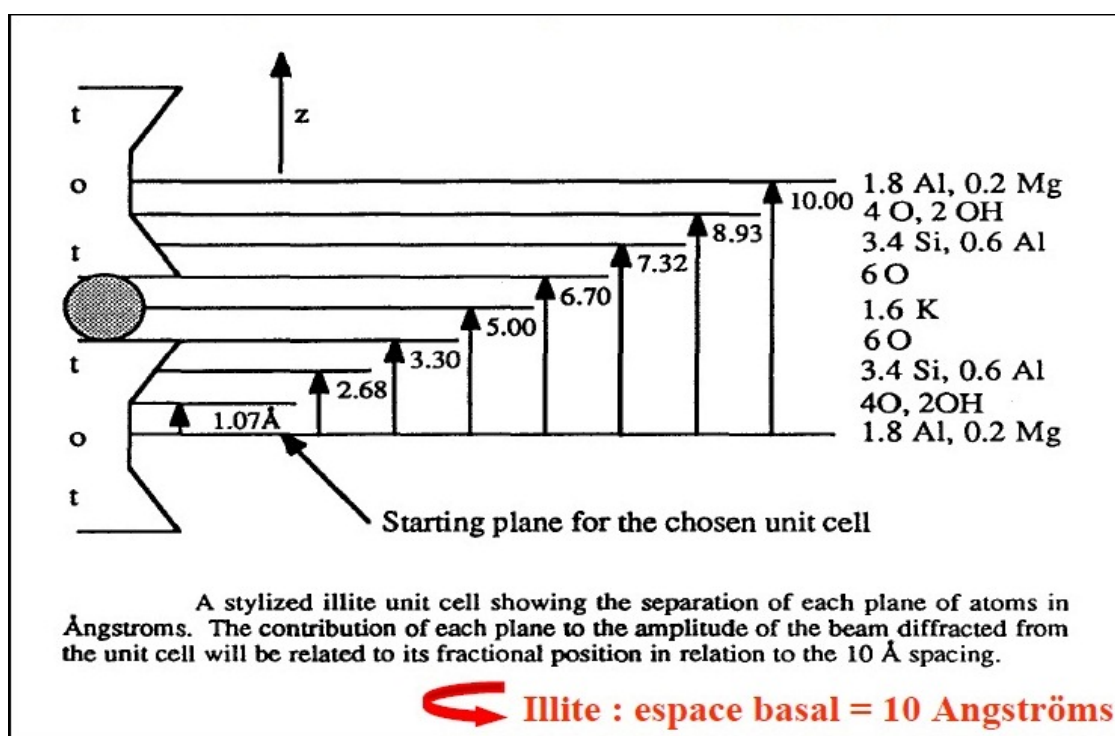


Fig. 35. Définition de l'espace basal à 10Å pour une illite (Moore & Reynolds, 1989)

IV.1.1. Appareillage :

Les analyses minéralogiques ont été effectuées au sein de l'unité de recherche Argile, Géochimie et Environnement sédimentaire (AGEs) au Département de géologie, université de Liège (ULg) à l'aide d'un diffractomètre de type *Brucker D8-Advance* (**Photo. 07**), utilisant le rayonnement $K\alpha_1$ du cuivre ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$). La vitesse de mesure du goniomètre est de 0,6s / pas, vitesse de rotation $2^\circ 2\theta/\text{min}$, couvrant une gamme angulaire "2θ" allant de 2° à 45° , selon les cas :

- ✓ **Lames orientées:**
 - Spectre (normal). N. 2 - $30^\circ 2\theta$,
 - Spectre (solvaté). EG. 2 - $23^\circ 2\theta$,
 - Spectre (chauffé à 500°C). CH. 2 - $15^\circ 2\theta$
- ✓ **Lames désorientées**
 - (poudre) 2 - $45^\circ 2\theta$ (sans rotation)
- ✓ **Saturation au Lithium (Li), et Potassium (K)**
 - Spectre (Li N, Li 300, Li 300Gl), (K N, K 110, K 110Gl) : 2 - $15^\circ 2\theta$



Photo. 07. Photo du diffractomètre de type "Brucker D8-Advance" (AGEs)

IV.1.2. Préparation des échantillons :

IV.1.2.1. Analyse de la minéralogie totale : préparation d'une poudre

Suivant le protocole appliqué au sein du laboratoire de l'unité de recherche Argile, Géochimie et Environnement sédimentaire (AGEs) au département de Géologie, Université de Liège (ULg), la préparation des poudres comporte les étapes suivantes :

- Prélèvement d'une aliquote de l'ordre de 1 g de sédiment total séché à 40°C à l'étuve ;
- Broyage manuel de l'échantillon à l'aide d'un mortier en agate ;
- Tamisage à sec à 250 microns (tamis métallique) ;
- Emplacement de la poudre dans un porte échantillon en pvc (**Photo. 08**) ;

Compacter régulièrement et délicatement la poudre afin de limiter toute orientation préférentielle des minéraux (Méthode de Moore et Reynolds, "1989") ;

- Passer l'échantillon au diffractomètre pour l'analyse suivant le programme approprié. (Entre 2 - 45° 2 θ)

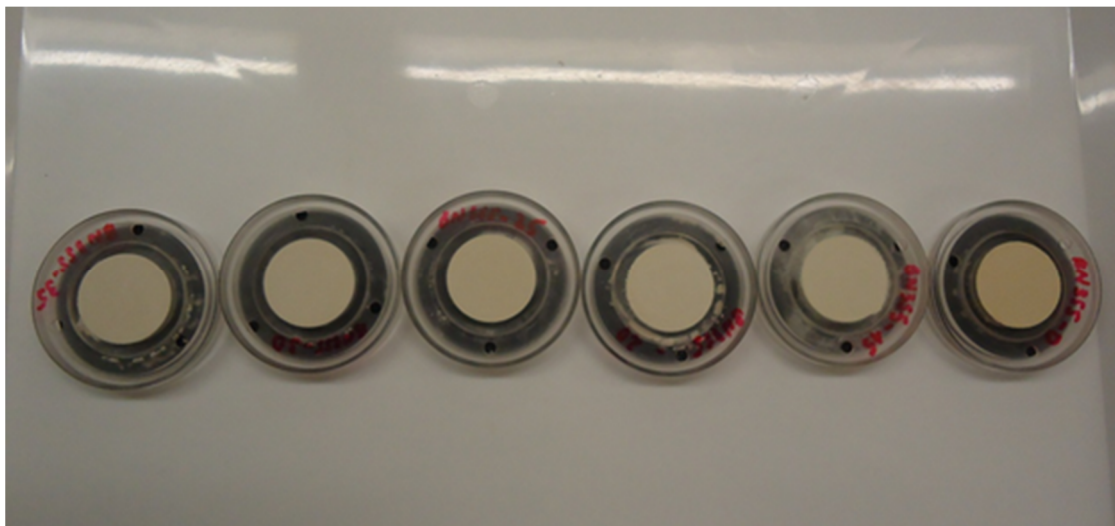


Photo. 08. Photo représentant les préparations désorientées des argiles pour analyse à la DRX (méthode back-side).

IV.1.2.2. Analyse de la fraction argileuse (< 2 μ m) : préparation d'un agrégat orienté

Le principe de la préparation consiste à orienter les particules argileuses afin de renforcer leur réflexion principale. La préparation des agrégats orientés comporte les étapes suivantes :

a) **Extraction de la fraction argileuse (< 63 μ m) :** pour cela, on procède de la manière suivante :

- Prélever une aliquote de l'échantillon brute (quelques grammes) séchée à l'étuve 40° C.
- Défragmenter manuellement l'échantillon brut à l'aide d'un mortier en agate (pour des échantillons plus moins durs).
- Mettre l'échantillon en suspension dans de l'eau déminéralisée.
- Tamiser à 63 microns (tamis métallique et/ou en nylon). Choisir la maille du tamis selon la matrice sédimentaire (tamisage à 30 microns si diatomées).
- Récupérer la fraction < 63 μ m dans un erlenmeyer de 500 ml.

b) **Prétraitement de la fraction ($< 63 \mu\text{m}$)** : l'objectif de cette opération de prétraitement est d'éviter la floculation de la suspension argileuse lors de l'extraction de la fraction " $< 2 \mu\text{m}$ " et concerne essentiellement :

➤ **La décarbonatation** : l'opération comporte les étapes suivantes :

- Décarbonater l'échantillon en ajoutant HCl dilué (0.1 N) sous légère agitation magnétique, en utilisant éventuellement de l'HCl 1N pour les échantillons très riches en carbonates.
- Vérifier le pH de la solution à l'aide du papier pH.
- Ajouter de petites quantités d'acide tant que la solution n'est pas acide (réaction incomplète).
- Lorsque la solution devienne acide, attendre et vérifier à nouveau que la réaction soit complète.
- Retirer l'erlenmeyer de la plaque d'agitation magnétique et retirer le barreau aimanté.
- Ajouter de l'eau déminéralisée et laisser décanter la solution.
- Vider le surnageant clair.
- Centrifuger au moins deux fois afin de rincer correctement l'échantillon (utiliser de l'eau déminéralisée).

➤ **Élimination des sulfates**

- Remplir l'erlenmeyer contenant la suspension argileuse d'eau chaude (le gypse est soluble dans l'eau à partir de 60°C).
- Laisser décanter.
- Vider le surnageant transparent, rincer au moins trois (03) fois.
- Centrifuger au moins deux (02) fois pour rincer correctement l'échantillon en utilisant de l'eau déminéralisée.

➤ **Élimination de la matière organique:**

- Mettre l'échantillon dans un erlenmeyer et sous légère agitation, en ajoutant de l'eau oxygénée (H_2O_2 à 1N).
- Ajouter d'une façon continue l' H_2O_2 tant que l'effervescence se poursuit.
- Une fois l'effervescence s'arrête, rincer l'excès d' H_2O_2 avec de l'eau déminéralisée.
- Centrifuger au moins deux fois pour rincer correctement l'échantillon en utilisant toujours de l'eau déminéralisée.

c) Confection des lames orientées pour l'analyse :

- Après les prétraitements éventuels, transférer la solution dans un pilulier.
- Déposer le pilulier sur la table désolidarisée du sol, agiter et laisser décanter ; si la suspension décanse rapidement : soit la solution est encore acide et il faut rincer à nouveau ; soit la quantité d'échantillon est trop importante et il faut la diluer.
- Lorsque les particules restent en suspension, agiter le pilulier jusqu'à défaire d'éventuels agrégats.
- Retirer le couvercle, déposer le pilulier sur la table et laisser sédimenter pendant cinquante (50) minutes.
- Après cinquante (50) minutes de décantation, le 1^{er} cm de la solution ne contient plus que des particules " $< 2 \mu\text{m}$ ", selon la loi de Stokes. La fraction argileuse est prélevée en enfonçant la pipette jusqu'au trait noir et est déposée délicatement sur une lamelle de verre. **(Photo. 09a)**
- Laisser sécher à l'air (pendant une nuit).
- Indiquer le nom de l'échantillon au crayon sur la lame de verre et mettre l'agrégat orienté sur le porte-objet **(Photo. 09e)**
- Passer les échantillons au diffractomètre. Pour l'acquisition d'un spectre normal (entre $2 - 30^\circ 2\theta$)
- Après acquisition du spectre normal, transférer le même échantillon dans un porte-objet en Al, **(Photo. 09c)** que l'on place dans une cloche avec de l'éthylène - glycol **(Photo. 09b)**
- Mettre la cloche sous vide pendant vingt-deux (22) heures.
- Après un maximum de 22h, ouvrir la cloche, remettre les échantillons sur le porte-objet et le faire passer au diffractomètre, pour l'acquisition du spectre EG entre $2 - 23^\circ 2\theta$
- après acquisition du spectre EG, retirer les lames des porte-objets et les disposer sur une plaque réfractaire. **(Photo. 09d)**
- Mettre la plaque au four sous une température de 500°C pendant quatre (04) heures.
- Après un temps de refroidissement, remettre les lames sur les porte-objets en plexiglas.
- Passer les échantillons au diffractomètre. Pour l'acquisition du spectre C 500 (chauffé) entre $2 - 15^\circ 2\theta$

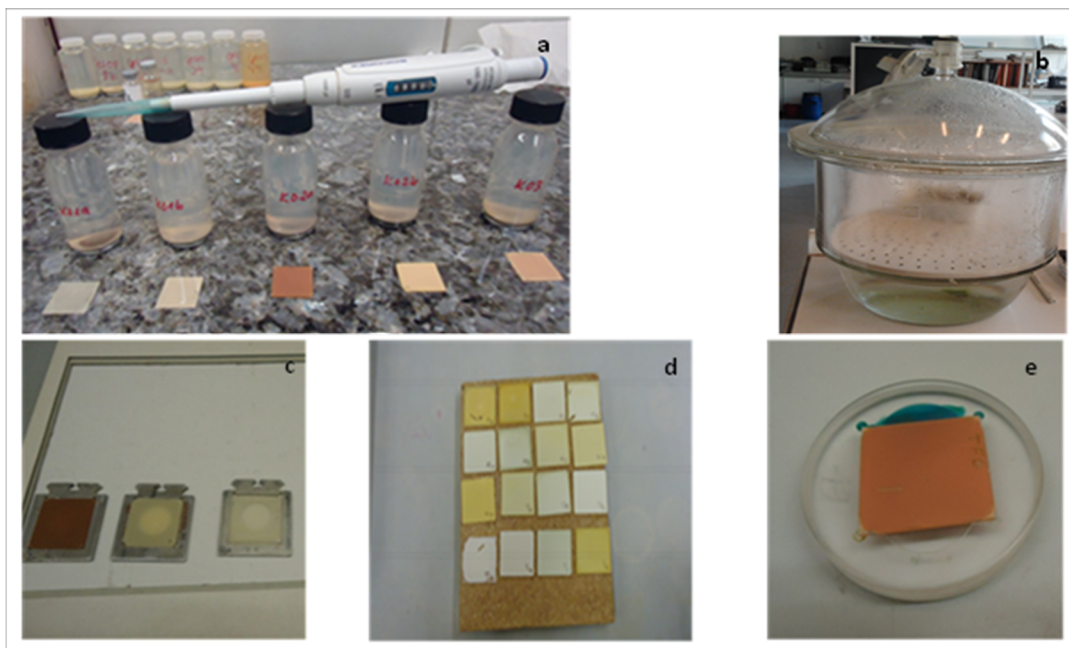


Photo. 09. Préparation des lames orientées : a) lames naturelles ; b) une cloche avec de l'éthylène-glycol ; c) porte-objet en Al ; d) lames chauffées sur plaque réfractaire ; e) porte-objets en plexiglas.

IV.1.3. Dépouillement des spectres

❖ L'argile totale (poudre désorientée)

La détermination qualitative des minéraux "accessoires" est basée sur le repérage des réflexions principales (001), caractéristiques de chaque minéral, en se basant sur le logiciel *DIFFRAC Plus Release 2000-EVA 6.0* et les données fournies par les fiches PDF (Powder Diffraction File)

- L'estimation semi-quantitative est obtenue en appliquant à l'intensité mesurée un facteur correctif multiplicatif (Cook et *al.*, 1975), (**Tab. 03**). Les intensités corrigées sont sommées et le pourcentage relatif de chaque minéral est calculé par rapport à une somme ramenée à 100%.

Tab. 3: Facteurs correctifs appliqués pour l'estimation quantitative (Cook et *al.*, 1975)

Minéral	Facteur correctif
Dolomite	1,53
Calcite	1,65
Quartz	1,00
Argile totale	20,00
Gypse	0,40

❖ Les lames orientées

L'identification qualitative des minéraux argileux est basée sur la position et l'intensité de leurs réflexions principales dans les trois spectres (N, EG et C) selon des tableaux de diagnose (Tab. 04, 05)

Tab. 04 : Effet des traitements (éthylène glycol et chauffage) sur la position des réflexions (Thorez, 1986).

MINERAL	SYMBOL	7	8	9	10	11	d-spacing in Å		14	15	16	17
Kaolinite	K	N EG					12	13				
Chlorite	C								N EG 500			
Swelling Chlorite	Cg								N 500		EG	
Illite	I				N EG 500							
Smectites (Montmorillonites)	M				500		N	←	→	N		EG
Vermiculite	V				500				N EG			
Palygorskite	PAL				N EG 500							
Sepiolite	SEP				500		N EG					

Values of the basal reflection, in d(Å), for the current clay minerals, after the classical identification essays (N = natural, untreated sample ; EG = ethylene glycol ; 500 = heating to 500°C).

Tab. 05: Effet des traitements sur la position des réflexions (cas des interstratifiés) (Thorez, 1986).

MINERAL d(002) in Å	10	11	12	13	14	15	16	17
(I-C)			N EG 500					
(I-C _g)			N 500		EG			
(I-V)	500		N EG					
(I-M)	500			—N—			EG	
(C-V)			500		N EG			
(C-M)			500	—N—			EG	
(C-C _g)					N 500		—EG—	
(V-M)	500		—N—				EG	
(V-C _g)			500		N		EG	
(C _g -M)			500		N			EG

Position in Å and behaviours of the (002) reflection in some of the main types of regularly interstratified minerals after glycolation and heating to 500°C.

L'estimation semi quantitative de l'abondance relative de chaque minéral argileux a été identifiée en multipliant l'intensité caractéristique mesurée sur le spectre EG par un facteur correctif (Holtzapffel, 1985), (**Fig. 36**)

En raison de la superposition de la réflexion (001) de la kaolinite avec la réflexion (002) de la chlorite, l'estimation de l'abondance relative de la kaolinite (Fagel, 2008) a été calculée suivant la formule :

$$\text{Kaolinite} = I(7 \text{ Å}) \text{ EG} \times [I(3.57 \text{ Å}) \text{ N} / [I(3.54 \text{ Å}) \text{ N} + I(3.57 \text{ Å}) \text{ N}]] \times 0,7$$

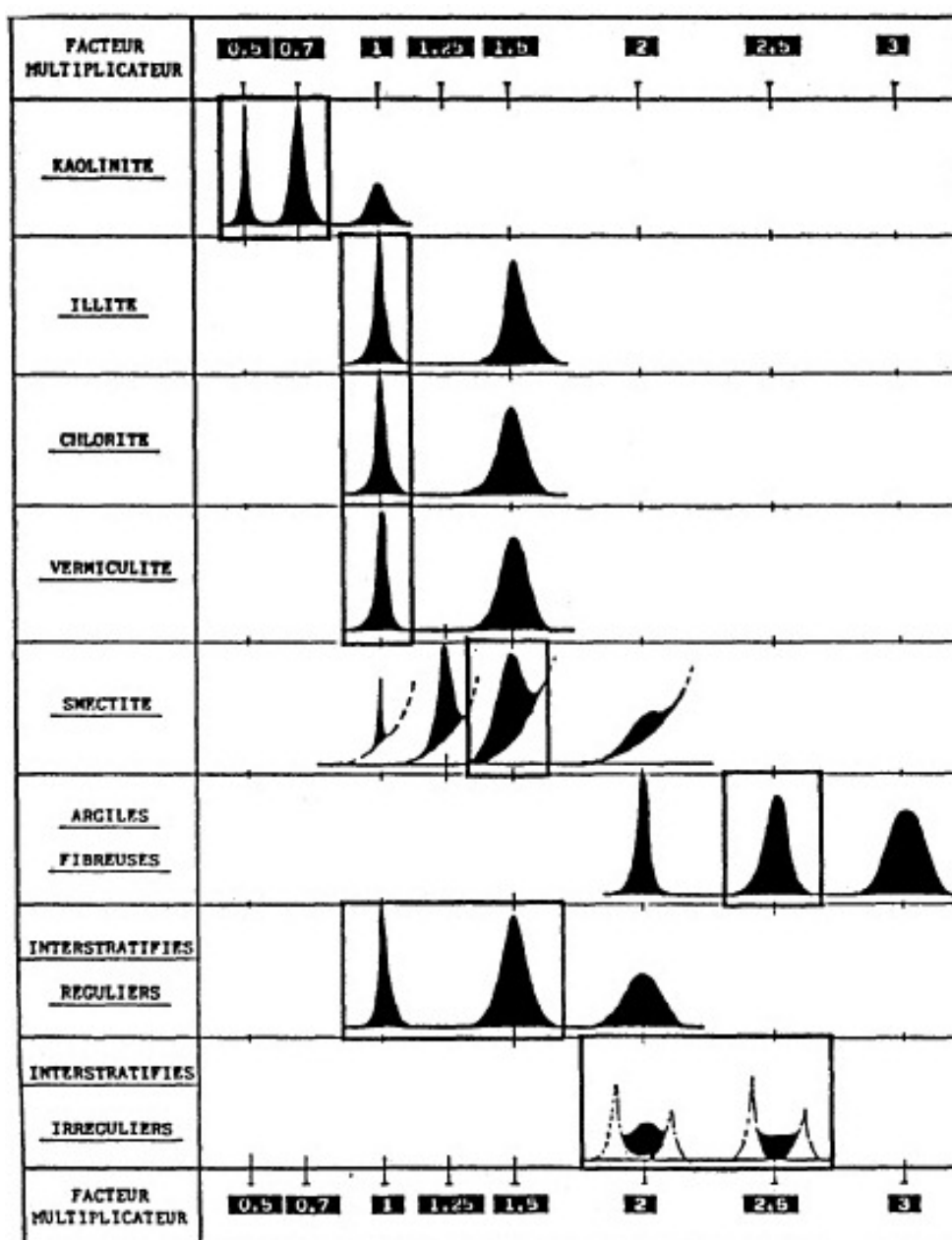


Fig. 36 : Facteurs correctifs (Holtzapffel, 1985)

IV.1.4. Saturation au Li Cl

Afin d'identifier l'abondance relative de la montmorillonite et de la beidellite, des lames orientées ont été préparées et analysées selon la procédure de "Li-saturation" (Lim et Jackson 1986).

Le procédé consiste à saturer l'argile par le chlorure de lithium (Li Cl à 2N) pendant une nuit.

- Rincer l'échantillon avec de l'eau déminéralisée ;
- Préparation des lames orientées ;
- Analyser les lames au diffractomètre en trois étapes ;
 - Lames saturée normal (Li N)
 - Après chauffage à une température de 330°C (Li N 330°C) pendant 2h
 - Après solvation avec l'éthylène glycol (Li N 330°C EG).

IV.1.5. Saturation au KCl

Afin de différencier entre les smectites néoformées et les smectites transformées, des lames orientées ont été préparées et analysées selon la procédure de "K-saturation" (Thorez, 2000 ; Fagel et *al.*, 2003).

Le procédé consiste à saturer l'argile par le chlorure de potassium (K Cl à 2N) pendant une nuit

- Rincer l'échantillon avec de l'eau déminéralisée ;
- Préparation des lames orientées ;
- Analyser les lames au diffractomètre en trois étapes :
 - Lames saturées normal (K N)
 - Après chauffage à une température de 110° C (K N 110° C) pendant 2h
 - Après solvation avec l'éthylène glycol (KN 110° C EG)

IV.2. Calcul de la surface spécifique (Ss)

Par définition, la surface spécifique (Ss) appelée aussi « Aire massique » représente la surface totale (As) par unité de masse (M) et on l'exprime généralement en m²/g.

$$Ss = As/M \text{ (m}^2\text{/g)}$$

IV.2.1. Méthodes de détermination

La surface spécifique d'un sol donné est dépendante de la méthode de mesure. Les méthodes de mesure peuvent être regroupées dans deux catégories principales (Yukselen et Kaya, 2006), à savoir:

- ✓ **L'adsorption de gaz**, qui mesure la surface spécifique externe des particules par l'adsorption des molécules simples, tel que l'azote (N_2) à basse température (Brunauer et al. 1938) ou la vapeur d'eau.
- ✓ **L'adsorption des molécules**, qui mesure la surface spécifique totale des particules par

l'adsorption des liquides polaires, tels que l'éthylène glycol, le bleu de méthylène (Chen et al., 1999; Santamarina et al., 2002 ; Valencia, 2008).

IV.2.2. Principe de la méthode utilisée

Cette méthode est semblable (Gilbert, F. D. 2004) à la méthode d'essai conventionnel (test à la tache) à laquelle, elle se diffère par l'utilisation d'un spectrophotomètre pour déterminer la quantité de bleu de méthylène en passant par la détermination de l'absorbance.

IV.2.3. Mode opératoire

IV.2.3.1. Préparation des échantillons

Tous les échantillons ont été séchés au four à une température de 110°C pendant 24 heures. Vu la granulométrie très fine des échantillons, on a pris 35g pour chaque échantillon et le dosage au bleu de méthylène se fait sur $5g \times 7$ fois.

IV.2.3.2. Préparation de la solution du bleu de méthylène

Pour une solution de bleu de méthylène à une concentration de 10g/l, il faut peser 10g de cristaux de bleu de méthylène, séché à une température de 110°C pendant 24 heures. Après refroidissement pendant une heure, et afin de faciliter la dissolution des cristaux, on l'introduit dans un litre d'eau déminéralisée chauffé à 40°C, en les mélangeant sous agitation (agitateur à ailettes) à une vitesse de 400t/mn.

IV.2.3.3. Protocole expérimentale

La détermination de la valeur au bleu de méthylène au spectrophotomètre, nécessite l'utilisation de sept (07) béchers. La procédure d'essai par béchers se résume comme suit :

- Introduire la solution du bleu de méthylène et la fraction du sol (5 g) dans un bécher ;
- Laisser reposer la solution pendant 1 à 2 mn ;
- Prélever le surnageant, centrifuger pendant 5 mn à haute vitesse ;
- Déterminer l'absorbance du surnageant au spectrophotomètre.

IV.2.3.4. Détermination de la courbe absorbance-concentration de bleu de méthylène

La procédure comporte deux étapes :

- La première consiste en la détermination du point de saturation avec la méthode conventionnelle (test à la tâche), car le spectrophotomètre doit commencer par un point de référence ;
- la deuxième étape concerne les mesures au spectrophotomètre dont la procédure est la suivante :
- Placer le deuxième bécher sur l'agitateur à ailette avec la quantité de la solution du bleu de méthylène trouvé à la première étape.
- Dans le troisième, on ajoute 0,5 à 1 ml de solution de bleu de méthylène et on détermine l'absorbance ;
- À partir des deux mesures obtenues, on doit diviser l'intervalle formé par ces deux mesures en quatre petits intervalles égaux.
- On procède à la détermination de l'absorbance pour les trois béchers dans lesquels les niveaux de la solution de bleu de méthylène correspondant aux bornes des quatre intervalles trouvés.
- Détermination de la valeur au bleu de méthylène à l'aide du spectrophotomètre correspondant à la concentration de bleu de méthylène tirée du premier changement de la pente dans la courbe absorbance-concentration de bleu de méthylène (**Fig. 37**).

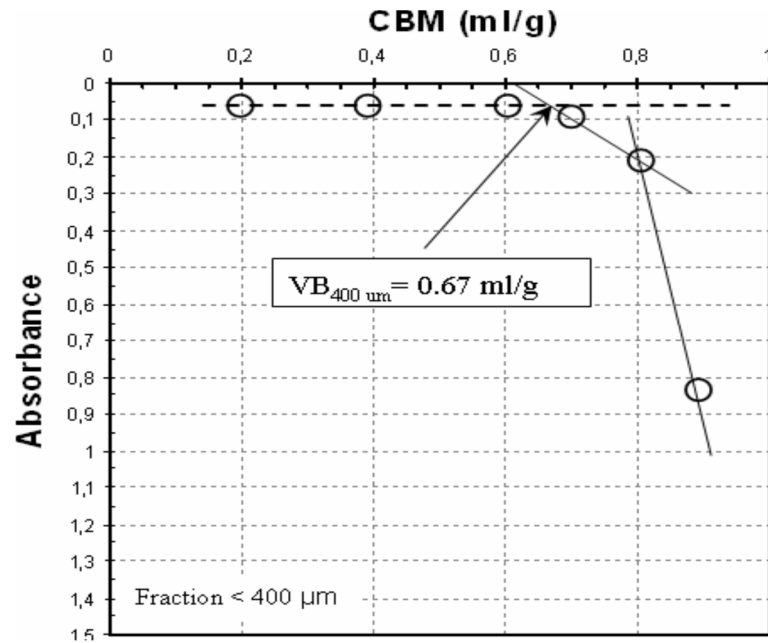


Fig. 37. Méthode de calcul de la surface spécifique (Valencia, 2008)

La surface spécifique est calculée à partir de l'équation suivante (Santamarina et al. , 2002).

$$S_s = VB \cdot FC$$

$$S_s = \left[\frac{V_{BM}}{M_{sol}} \right] \left[m_{BM \text{ sec}} \frac{A_v}{373,91} A_{BM} \right] \left(\frac{m^2}{g} \right)$$

Où : VB est la valeur au bleu du sol exprimée en fonction de :

VBM : quantité de bleu de méthylène adsorbé (ml);

M_{sol} : masse à sec de la prise d'essai (g).

FC est un facteur de conversion exprimé en fonction de :

m_{BM} : teneur en bleu de la solution de titrage (g/ml);

A_v : nombre d'Avogadro (6,02 x 10²³ atomes/mol);

A_{BM} : aire couverte par une molécule de bleu de méthylène (130 Å²) et le poids moléculaire du bleu de méthylène (373,91).

Dans notre cas :

$$FC = 20,93$$

$$M_{sol} = 5 \text{ g}$$

IV.3. Capacité d'échange cationique

La mesure de la CEC est réalisée par déplacement des cations échangeables par l'acétate d'ammonium (Bouras, 1992). Le dosage de l'azote total est réalisé par distillation au Buchi, selon la méthode de Kjeldahl. La totalité de l'ammonium dans l'échantillon représente alors la capacité d'échanges cationique. Les manipulations ont été réalisées au niveau de l'Université Catholique de Louvain - La - Neuve au SST/ELI (Earth and Life Institute).

IV.3.1. Mode opératoire (opération effectuée au niveau de l'unité de recherche Argile, Géochimie et Environnement sédimentaire (AGEs) au Département de géologie, université de Liège (ULg).

IV.3.1.1. Saturation

- Prendre 200 à 300 mg d'argile que l'on met dans un tube à centrifuger;
- saturer l'argile avec de l'acétate d'ammonium (1N à pH 7) ;
- ajouter 10 ml de la solution d'acétate, agiter avec un bouchon sur un agitateur va et vient : 1 fois pendant deux (02) heures ;
- centrifuger à 3000 t/mn ;
- jeter le surnageant, répéter l'opération de saturation au moins 2 fois (3 fois en tout)
- laver le culot avec du méthanol (par portions de 20 ml) 4 à 5 fois pour être sûr d'avoir éliminé tout l'ammonium qui ne serait pas fixé entre les feuillets et centrifuger chaque fois entre les lavages;
- sécher à l'étuve à 105°C, toujours dans les tubes,
-

IV.3.1.2. Détermination de la CEC et dosage de l'ammoniac (opération effectuée au niveau de - Earth and Life Institute à l'Université Catholique de Louvain - La - Neuve

IV.3.1.2.1. Déroulement de l'essai

Faire la pesée de précision et passer à la phase de distillation. **(Photo.10)**

Après chauffage jusqu'à l'ébullition de la solution contenant l'échantillon, l'eau distillée et quelques ml de NaOH

La vapeur de l'ammoniac condensé au contact d'un réfrigérant est recueillie dans une solution d'acide borique (H_3BO_3) contenant deux indicateurs colorés (rouge de méthyle et bleu de bromothymol). L'acide borique est un acide faible qui ne réagit pas avec l'ammoniac ; il sert simplement de piège à l'ammoniac (Il doit être en excès par rapport à l'ammoniac). Lorsque l'ammoniac arrive dans l'acide borique, il alcalinise le milieu (virage de la couleur de

la solution du rose au vert. À la fin on procède au titrage de l'ammoniac par une solution étalonnée d'acide chlorhydrique pour ramener l'indicateur à sa teinte sensible (virage du vert vers le rouge rose)

Le volume d'acide sulfurique ayant permis d'observer le changement de coloration servira au calcul de la capacité d'échange cationique.

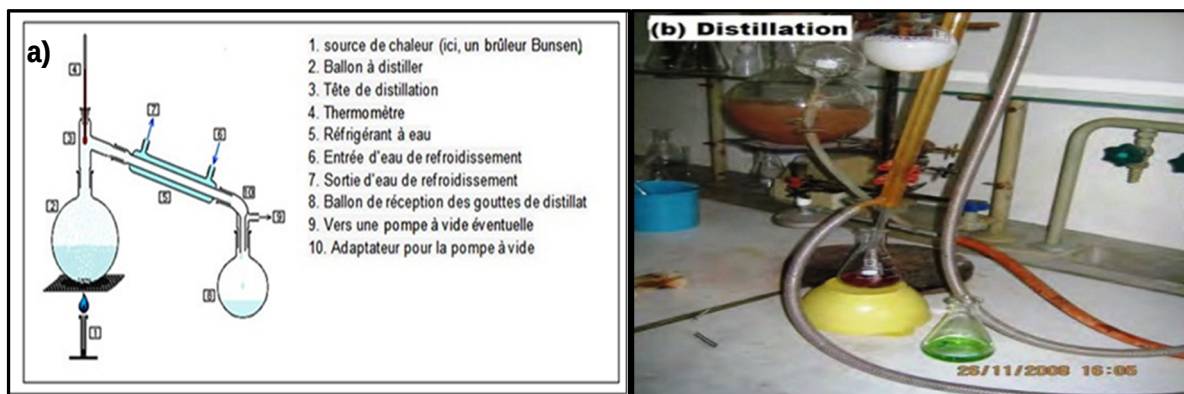


Photo. 10. Schéma du dispositif de distillation (a) : dispositif théorique), (b) : dispositif pratique),

IV.4. Spectrométrie infrarouge (IR)

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse simple à mettre en œuvre et non destructrice. Son principe est basé sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Lorsque la longueur d'onde apportée par le faisceau infrarouge est voisine de l'énergie de vibration d'une molécule, cette dernière absorbe le rayonnement et l'on enregistre une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise.

Cette méthode d'analyse permet donc de caractériser un matériau de composition chimique et de structure donnée par l'ensemble des bandes d'absorption composant son spectre. Notre étude a utilisé cette méthode d'analyse en complémentarité avec la diffraction des rayons X. Les spectres IR des matériaux étudiés ont été enregistrés au Laboratoire de Cristallographie, au Département de Géologie ULg. Les spectres infrarouges couvrant le domaine $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ ont été enregistrés sur un spectromètre Nicolet NEXUS, (**Photo. 11**) à partir de 2 mg d'échantillon dilué dans une pastille de 150 mg de KBr.



Photo.11. Photo d'un spectromètre infrarouge de type Nicolet NEXUS

IV.5. Analyse granulométrique

Les mesures granulométriques ont été effectuées à l'aide d'un granulomètre laser (Mastersizer 2000, Malvern Instruments du Laboratoire de Chimie Inorganique Structurale (LCIS) de l'Université de Liège) (**Photo. 12**). Celui-ci est muni de deux sources lasers différentes utilisées en routine: une lumière bleue et une lumière rouge. Le principe de cet instrument de précision est basé sur les théories de diffraction de Mie et de Fraunhofer ainsi que sur la théorie de la sphère équivalente. Elles stipulent que l'angle de diffraction du rayon laser émis par une source de lumière intense et cohérente est inversement proportionnel à la taille de la particule. La fraction granulométrique mesurable par cet instrument se situe entre 0,02 et 2000 microns (μm). Deux unités de dispersion sont utilisables: par voie sèche et par voie humide. Dans le cas des matériaux argileux on utilise, l'unité de dispersion par voie humide.

IV.5.1. Préparation des échantillons

- Sécher une aliquote de l'échantillon brut (moins de 1g) à l'étuve à 40°C
- Tamiser si nécessaire à 2000 micron pour éliminer la fraction grossière (>2 mm)
- **Si présence de matière organique:** laisser réagir l'échantillon avec de l'eau oxygénée (10%) sous hotte, répéter l'ajout d' H_2O_2 tant que l'effervescence se poursuit ensuite rincer l'excès d' H_2O_2 avec de l'eau déminéralisée. Centrifuger une fois pour rincer l'échantillon en utilisant de l'eau déminéralisée.

- Mettre en suspension l'échantillon dans un bécher en utilisant de l'eau déminéralisée.
- Mettre le bécher (5 à 10min en fonction de la texture de l'échantillon) sur la plaque agitatrice en ajoutant un barreau aimanté.

IV.5.2. Mode opératoire

Au cours de l'analyse, l'échantillon est dispersé dans 100 ml d'eau déionisée grâce à une vitesse de rotation de l'agitateur de la cellule de dispersion de 2000 trs/min. Lors de l'introduction de l'échantillon, des ultrasons sont appliqués dans la cuve de dispersion à raison de 10% de la puissance maximale (50 Watt). Ceux-ci ont pour but de mieux disperser les particules et de séparer les agrégats. Aucun lavage préalable des échantillons n'a été effectué. Après la mesure de chaque échantillon, un cycle de nettoyage automatique complet est réalisé. Suivant cette méthode, une mesure complète prend environ 4 minutes par échantillon. Les données sont traitées par le *Logiciel Mastersizer 2000 v. 5.0*.

Les résultats obtenus sont donnés sous forme de courbe de fréquence (en % volumique) en fonction de la taille des particules.



Photo.12. Granulomètre Laser Malven Mastersizer 2000. (Chimie Inorganique et Structurale, Département de Chimie, ULg).

IV.6. Étude au microscope électronique à balayage (MEB).

La microscopie électronique à balayage est basée sur l'interaction entre un faisceau d'électrons et une matrice cristalline ou non. Le faisceau d'électrons secondaires ou celui des électrons rétrodiffusés est utilisé pour obtenir une image de l'échantillon irradié avec une résolution de l'ordre de 0.01 micron. Cette technique donne des informations sur le relief de l'échantillon, la morphologie des grains et leur agencement. En complément, un spectre de dispersion en énergie (EDAX) donne une information semi-quantitative sur le contenu chimique. Les échantillons doivent être métallisés avant l'analyse.

Les observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées sur un appareil de type FEG-ESEM XL30 du fabricant FEI. Les images ont été obtenues par un détecteur d'électrons secondaires, après métallisation des poudres au charbon par pulvérisation. La tension d'accélération est indiquée sur les images (10,0 kV et 15,0 kV).

IV.7. Analyse chimique par fluorescence X (XRF)

La fluorescence des rayons X (XRF) est une technique non destructrice qui sert à quantifier la composition élémentaire des échantillons solides et liquides. On utilise les rayons X. pour exciter les atomes qui sont dans l'échantillon, ce qui leur fait émettre des rayons X. à énergie caractéristique de chaque élément présent. L'intensité et l'énergie de ces rayons X. sont ensuite mesurées.

L'analyse chimique des éléments majeurs a été réalisée sur perle au borate de Li à l'aide d'un spectromètre ARL 9400 XP XRF (URPGE, Université de Liège) (**Fig. 38**).

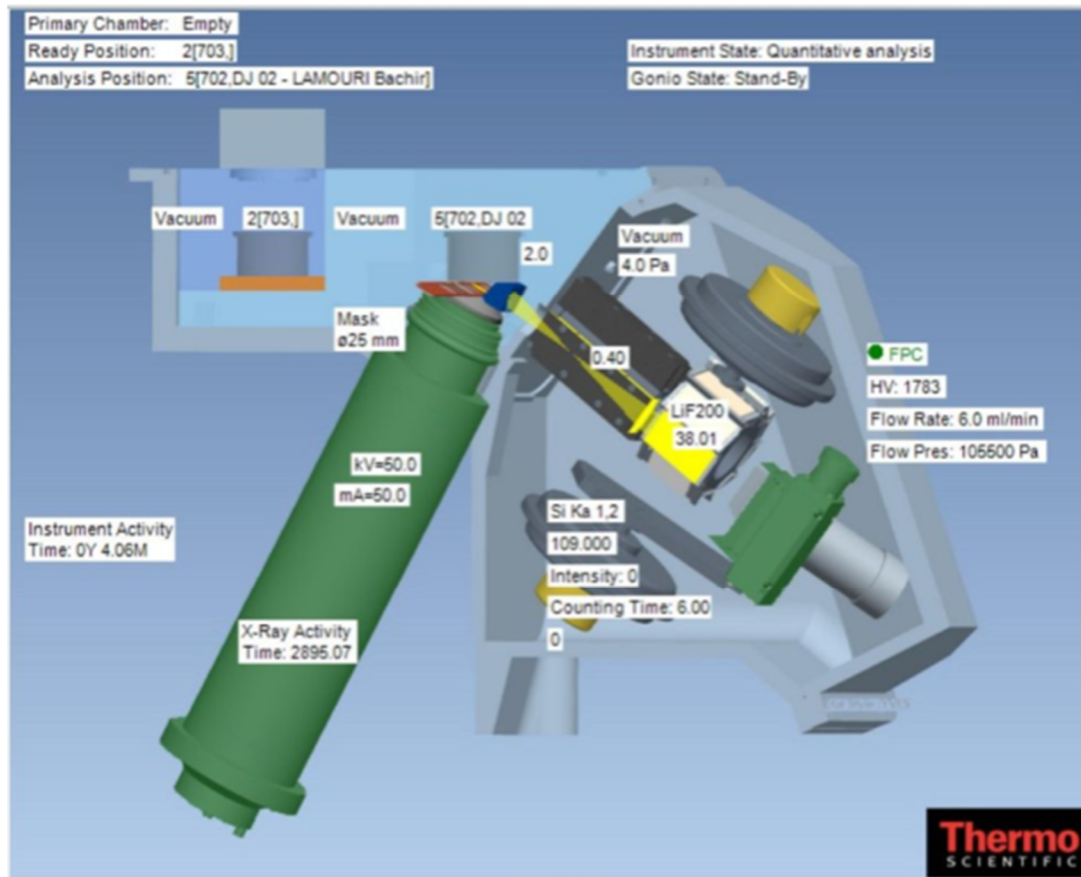


Fig.38. Principe de l'analyse chimique par fluorescences X (XRF).

IV.8. Les limites d'Atterberg

Les limites d'Atterberg sont des constantes conventionnelles qui marquent les seuils entre :

- Le passage d'un sol de l'état liquide à l'état plastique (limites de liquidité : W_L)
- Le passage d'un sol de l'état plastique à l'état solide (limite de plasticité : W_P)

Ces limites ont pour valeur la teneur en eau du sol à l'état de transition considérée, exprimée en pourcentage du poids du matériau sec. Elles fournissent des informations

Complémentaires à celles obtenues par la granulométrie laser.

La différence $I_p = W_L - W_P$ qui définit l'étendue du domaine plastique est particulièrement importante, c'est l'indice de plasticité.

IV.8.1.Mode opératoire

L'essai a été effectué au laboratoire de Geotechnologie, ULg. Selon la méthode d'essai LPC N° 19 qui comporte deux phases :

- Recherche de la limite de liquidité à l'aide de l'appareil de Casagrande (**Photos 13 et 14**)
- Recherche de la limite de plasticité par la formation des rouleaux de 3 mm de diamètre (**Fig. 45**)



Photo.13. Appareil de Casagrande (calcul de W_L) **Photo.14.** Méthode des rouleaux (calcul W_P)

IV.9. Essais de valorisation (Essais d'adsorption)

Pour les essais d'adsorption, une solution mère a été préparée à partir de nitrate de cuivre hydratée ($\text{CuNO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) à une concentration de 50 mg/l. Les concentrations de cuivre adsorbées ont été déterminées par un spectromètre d'absorption atomique AA. 300 au département de Géologie à l'ULg.

Conclusion

Les techniques analytiques des minéraux argileux sont largement diversifiées et leur choix est en fonction de l'objectif attendu. Dans notre travail qui avait pour but la caractérisation des formations argileuses inconnues on s'est basé dans notre choix sur le principe de la complémentarité des résultats d'analyse et par conséquent on a suivi une démarche pyramidale qui contrôle le nombre des échantillons à analyser et la méthode analytique suivante.

TROISIEME PARTIE
RESULTATS & DISCUSSION

A decorative blue scroll frame with a vertical bar on the left and a horizontal bar on the right, both with rounded ends and small circular details at the corners.

V. RESULTATS

V. RESULTATS

Les techniques d'analyse des argiles (Thorez, 2000) sont extrêmement diversifiées en fonction des buts poursuivis et des utilisations fondamentales ou appliquées. La caractérisation d'un matériau argileux commence toujours par celle de sa composition minéralogique et chimique (Kühnel, 1990), qui forment la base de son identification et qui donnent des indications sur ses propriétés physico-chimiques qui seront déduites par des tests complémentaires.

À cet effet, tous les échantillons récoltés ont été analysés par diffraction des rayons X (XRD). Les échantillons les plus riches en minéraux argileux ont fait l'objet d'analyses complémentaires par Fluorescence X (XRF), Spectroscopie Infrarouge (FTIR), Microscopie électronique à Balayage (MEB), granulométrie laser et essais géotechniques.

V.1. caractérisation minéralogique

V.1.1. Formations argileuses d'âge Éocène moyen

V.1.1.1. Synclinal d'El Kantara

Les résultats de l'analyse minéralogique (**Tab. 6 et 7**) ont révélé que les formations éocène moyen du bassin d'El Kantara sont représentées par des marnes et ont montré un contraste bien marqué entre la composition minéralogique des formations argileuses situées de part et d'autre de l'axe du synclinal. Dans le flanc Nord - Ouest, la fraction argileuse (**Figs. 39 et 41**) représente 23 à 37% de la roche totale, répartie essentiellement entre 38% à 63% de smectite, de 18 à 39% de palygorskite, de 5 à 12% d'illite, de 0 à 14% de chlorite, accompagnée parfois par des traces de kaolinite et des interstratifiés "illite - smectite". Dans le flanc Sud - Est, la fraction argileuse devient à dominance de palygorskite avec un taux qui varie entre 66 à 75%, en plus de 4 à 15% d'illite accompagné par des traces de kaolinite, smectite, chlorite et des interstratifiés "illite - smectite". Les minéraux non argileux présents (**Figs. 40, 42**) sont de la calcite (51% à 70%), du quartz (01% à 06%), et des traces de dolomite et de gypse.

Cette diversification entre l'assemblage argileux aux niveaux des deux flancs du synclinal d'El Kantara est due probablement à la difficulté de différenciation sur la carte géologique d'El Kantara, entre les facies rouges d'âge miocène inférieur et celle de l'éocène moyen

Après vérification sur terrain et le suivi de la limite des couches, on a conclu que les échantillons (K08B, K08B2) pris sur le flanc sud représentent le prolongement de la couche miocène inférieure qui affleure au sud du synclinal, ce qui a été confirmé ultérieurement par analyses minéralogiques sur d'autres échantillons du même étage.

Tab. 06 : Cortège argileux des formations d'âge Eocène moyen (Synclinal d'El Kantara)

Ech Min(%)	K02A	K02B	K02C	K03A	K03B	K04	K08B	K08B2
Chlorite	11	08	00	00	14	11	07	09
Kaolinite	01	01	00	00	00	01	01	01
Illite	07	05	12	12	05	07	15	04
Palygorskite	31	38	31	25	18	39	66	75
Smectite	48	48	43	63	59	38	04	05
Interstratifiés (10- 14)	02	00	14	00	05	04	07	07

Tab 07. Minéraux accessoires (non argileux) des formations d'âge Eocène moyen (Synclinal d'El Kantara).

Ech Min(%)	K02A	K02B	K02C	K03A	K03B	K04	K08B	K08B2
Dolomite	01	00	00	02	00	00	06	09
Calcite	60	70	51	55	63	67	57	60
Quartz	06	04	03	04	02	02	01	01
Argile totale	32	23	44	37	34	31	35	30
Gypse	01	03	02	02	01	00	00	01

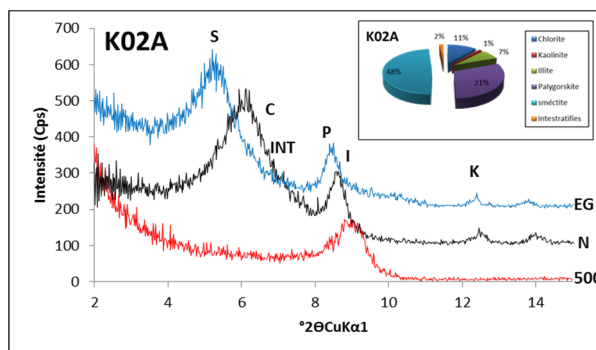


Fig.39. Diffractogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge éocène moyen (Synclinal d'El Kantara)

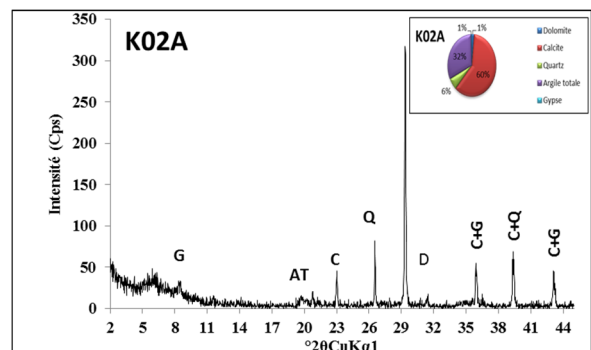


Fig.40. Diffractogramme de poudre d'un échantillon d'âge éocène moyen (Synclinal d'El Kantara)

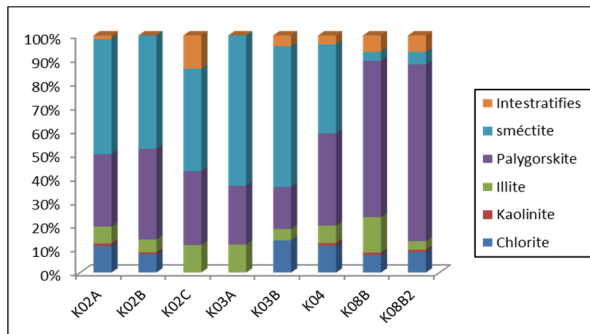


Fig.41. Cortège argileux des formations (Eocène moyen – Synclinal d’El Kantara)

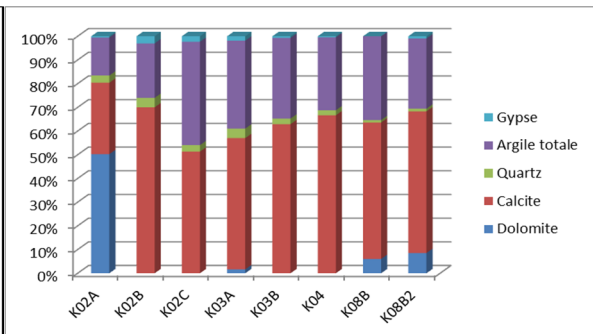


Fig.42. Minéraux non argileux des formations (Eocène moyen – Synclinal d’El Kantara)

V.1.1.2.Synclinal de Rhassira (Rhoufi)

Les argiles de la localité de Ghoufi sont représentées par une fraction fine qui varie entre 71% à 86%, représentée totalement par la palygorskite (**Tab. 08**), (**Fig. 43**), (**Fig. 45**), accompagnée de 06% à 18% de dolomite, de 03% à 7% de calcite et des traces de quartz (**Tab. 09**) (**Fig. 44**), (**Fig. 46**), comme minéraux non argileux.

La faible présence du quartz et le taux plus au moins élevé des carbonates indiquent qu’il s’agit d’une sédimentation chimique basique.

Tab .08. Cortège argileux des formations d’âge Eocène moyen (Synclinal de Rhassira-Rhoufi)

Ech	ATT01	ATT02	ATT03
Min(%)			
Palygorskite	100	100	100

Tab.09. Minéraux accessoires (non argileux) des formations d’âge Eocène moyen (Synclinal de Rhassira-Rhoufi)

Ech	ATT01	ATT02	ATT03
Min(%)			
Dolomite	09	18	06
Calcite	03	07	05
Quartz	02	03	04
Argile totale	86	71	84
Gypse	00	00	01

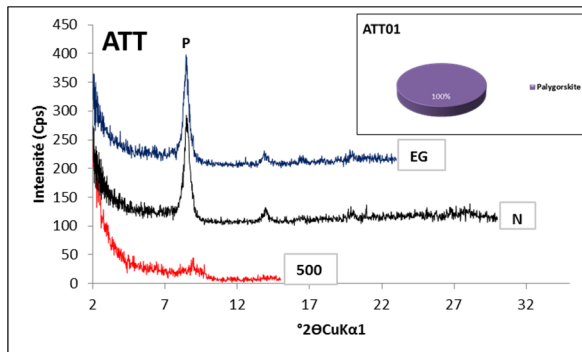


Fig.43. Diffractogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge éocène moyen (Rhoufi)

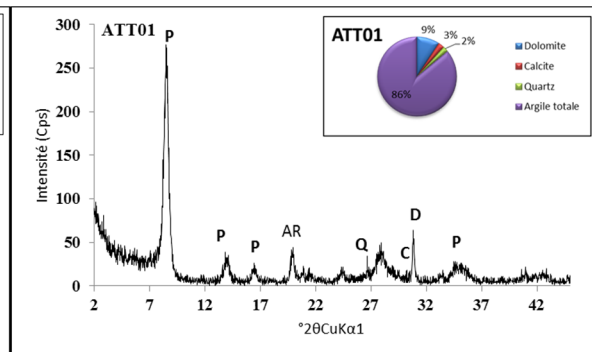


Fig. 44. Diffractogramme de poudre d'un échantillon d'âge éocène moyen (Rhoufi)

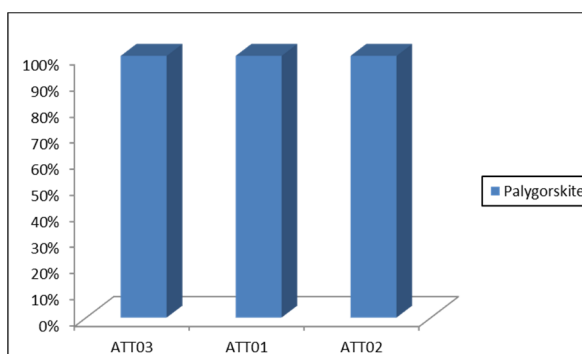


Fig.45. Cortège argileux des formations d'âge Eocène moyen (Rhoufi)

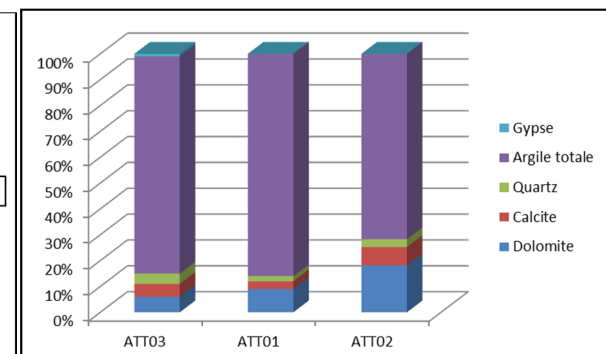


Fig.46. Minéraux non argileux des formations d'âge Eocène moyen (Rhoufi)

V.1.2. Formations argileuses du miocène inférieur :

V.1.2.1. Bassin d'El Outaya (Hammam Sidi El Hadj)

Les résultats de l'analyse minéralogique ont révélé que les formations de ce niveau sont des marnes constituées essentiellement de 21 à 57% de calcite et 26 à 47% de fraction argileuse qui est essentiellement représentée de 3 à 43% de smectite, de 1 à 14% de kaolinite, de 14 à 33% d'illite, de 4 à 18% de chlorite et de 20 à 66% de palygorskite, accompagnée parfois par des inter stratifiés "illite-smectite" (**Tab. 10**), (**Fig. 47**), (**Fig. 49**). En plus de la calcite, les minéraux non argileux présents sont du quartz (3 à 18%), de la dolomite (0 à 16%) et du gypse (0 à 20%) (**Tab. 11**), (**Fig. 48**), (**Fig. 50**).

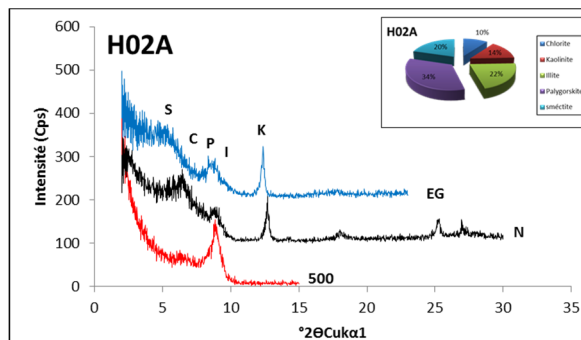
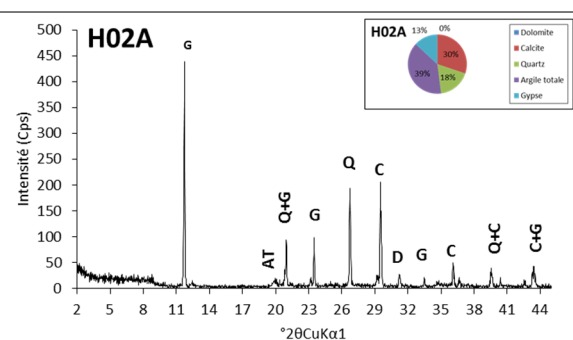
Le taux élevé de la smectite au détriment de la palygorskite dans les échantillons H2A et H2B peut être expliqué par le phénomène d'érosion et du transport des particules très riches en smectite d'âge miocène moyen affleurant juste à proximité. Ce phénomène a été favorisé par l'allure géomorphologique du site, notamment le dénivelé existant entre les deux formations.

Tab .10. Cortège argileux des formations d'âge Miocène Inf. (m²) (Hammam Sidi El Hadj)

Ech Min(%)	H02A	H02B	H03A	H03B	H03C	H04	H05	H06	H07
Chlorite	10	18	07	05	04	04	04	14	09
Kaolinite	14	04	01	02	01	01	02	02	02
Illite	21	14	20	24	28	22	28	23	33
Palygorskite	34	20	66	55	55	63	47	39	42
Smectite	20	43	03	12	05	07	07	08	06
Interstratifiés(10- 14)	00	00	04	03	07	05	09	14	08

Tab.11. Minéraux accessoires (non argileux) des formations d'âge miocène Inf. (m²) (Hammam Sidi El Hadj)

Ech Min(%)	H02A	H02B	H03A	H03B	H03C	H04	H05	H06	H07
Dolomite	00	00	00	00	11	00	16	15	14
Calcite	30	52	50	46	36	57	38	45	21
Quartz	18	08	03	04	05	13	07	06	03
Argile totale	39	40	47	47	37	30	32	26	42
Gypse	13	00	00	03	10	00	07	08	20

**Fig.47.** Diffractogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge miocène Inf. (m²) (Hammam Sidi El Hadj)**Fig. 48.** Diffractogramme de poudre d'un échantillon d'âge miocène Inf. (m²) (Hammam Sidi El Hadj)

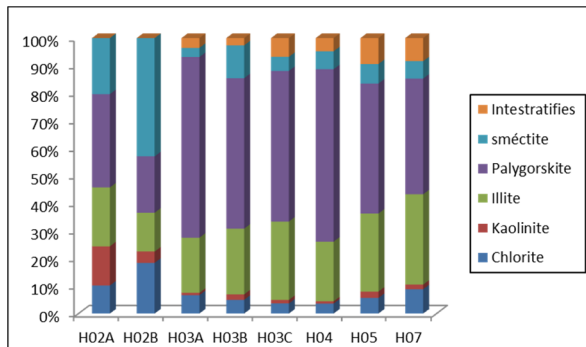


Fig.49. Cortège argileux des formations d'âge miocène Inf. (m²) (Hammam Sidi El Hadj)

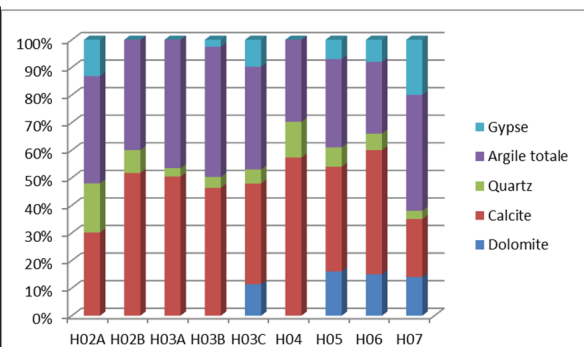


Fig.50. Minéraux non argileux des formations d'âge miocène Inf. (m²) (Hammam Sidi El Hadj)

V.1.3. Formations argileuses du miocène moyen (m³ & m⁴)

V.1.3.1. Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)

Les résultats de l'analyse minéralogique ont révélé que les formations argileuses de couleur verte de la base sont constituées de 41 à 73% de fraction argileuse représentée essentiellement de 32% à 66% de smectite, de 6% à 29% de kaolinite, de 5% à 16% d'illite, de 9% à 28% de chlorite, accompagné parfois par la palygorskite et des inter stratifiés "illite - smectite" (**Tab.12**), (**Fig. 51**), (**Fig. 53**). Les minéraux non argileux présents sont représentés par du quartz (14% à 25%), de la calcite (9% à 26%), de la dolomite (2% à 7%) et du gypse (0% à 18%). (**Tab. 13**), (**Fig. 52**), (**Fig. 54**).

Tab.12. Cortège argileux des formations d'âge miocène moyen (m³) Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)

Ech	L02A	L02B	L04	H09	BR01R	G02	H10	J03R
Min(%)								
Chlorite	28	24	22	27	10	09	16	18
Kaolinite	12	06	07	08	08	29	09	16
Illite	12	09	11	05	11	16	14	13
Palygorskite	00	00	00	05	00	00	08	08
Smectite	32	53	56	42	66	46	53	31
Interstratifiés (10 - 14)	16	08	04	13	04	00	00	14

Tab.13. Minéraux non argileux des formations d'âge miocène moyen (m³) Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammorah, Guedila)

Ech	L02A	L02B	L04	H09	BR01R	G02	H10	J03R
Min(%)								
Dolomite	07	06	07	07	06	02	04	05
Calcite	13	11	14	26	23	09	17	17
Quartz	14	14	14	15	20	16	25	21
Argile totale	63	68	47	50	41	73	52	56
Gypse	04	01	18	02	11	00	01	01

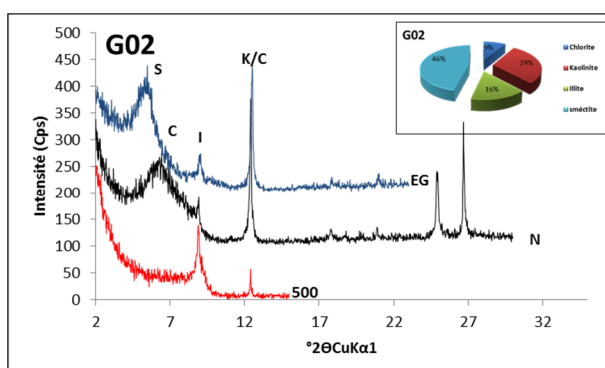


Fig.51. Diffractogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge miocène moyen (m³) Bassin d'el Outaya (El Outaya, Branis, Djammorah, Guedila)

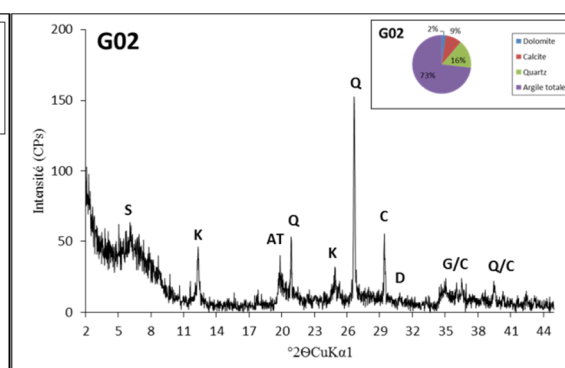


Fig.52. Diffractogramme de poudre d'un échantillon d'âge miocène moyen (m³) Bassin d'el Outaya (El Outaya, Branis, Djammorah, Guedila)

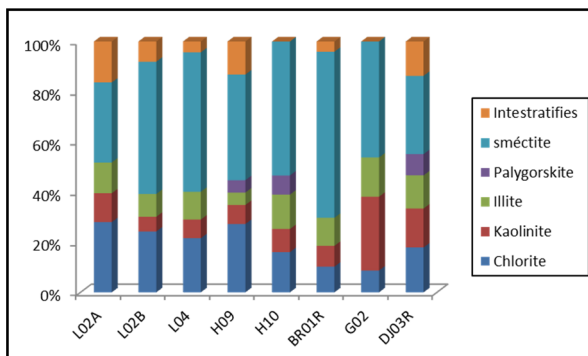


Fig.53. Cortège argileux des formations d'âge miocène moyen (m³) Bassin d'el Outaya (El Outaya, Branis, Djammorah, Guedila)

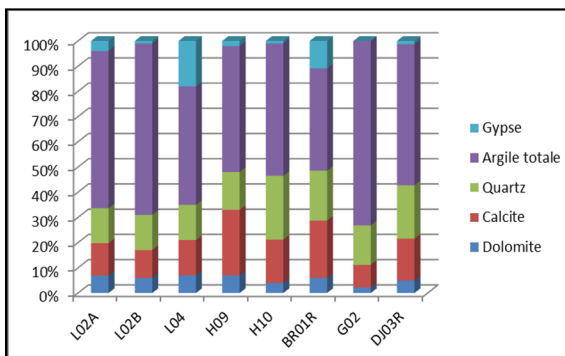


Fig.54. Minéraux non argileux des formations d'âge miocène moyen (m³) Bassin d'el Outaya (El Outaya, Branis, Djammorah, Guedila)

Les formations argileuses de couleur brune de la partie sommitale du miocène moyen, sont constituées de 62 à 71% de fraction argileuse représentée essentiellement de 11% à 45% de smectite, de 14% à 25% de kaolinite, de 11% à 20% d'illite, de 0% à 19% de chlorite et de 6% à 22% de palygorskite accompagnée parfois par des interstratifiés "illite - smectite"

et "smectite - chlorite "(**Tab. 14**), (**Fig. 55**), (**Fig. 57**). Les minéraux non argileux présents sont du quartz (14% à 18%), de la calcite (11% à 14%), et des traces de dolomite et de gypse qui se présente parfois sous formes de nids, de paillettes et de petits filonnets. (**Tab. 15**), (**Fig. 56**), (**Fig. 58**).

Tab. 14. Cortège argileux des formations d'âge miocène moyen sommital (m⁴) Bassin d'El Outaya (Guedila)

Ech	AM	B01	G03	DJ02R
Min(%)				
Chlorite	19	17	00	08
Kaolinite	14	19	25	17
Illite	15	11	20	17
Palygorskite	00	06	17	22
Smectite	45	42	11	28
Interstratifiés (10- 14)	07	05	06	09
Interstratifiés (14- 14)	00	00	22	00

Tab. 15. Minéraux non argileux des formations d'âge miocène moyen sommital (m⁴) Bassin d'El Outaya (Guedila)

Ech	AM	B01	G03	DJ02R
Min(%)				
Dolomite	02	02	02	03
Calcite	14	12	11	14
Quartz	15	17	14	18
Argile totale	67	62	71	63
Gypse	03	07	03	03

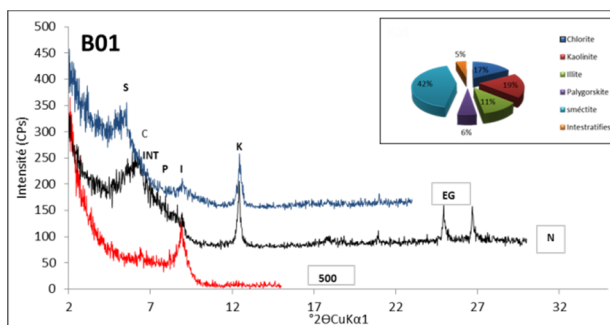


Fig. 55. Diffractogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge miocène moyen sommital (m⁴) Bassin d'el Outaya (Guedila)

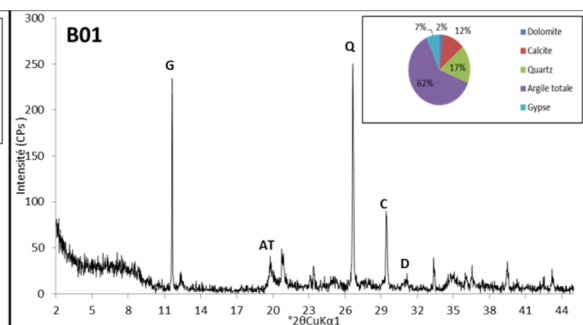


Fig.56. Diffractogramme de poudre d'un échantillon d'âge miocène moyen sommital (m⁴) Bassin d'el Outaya (Guedila)

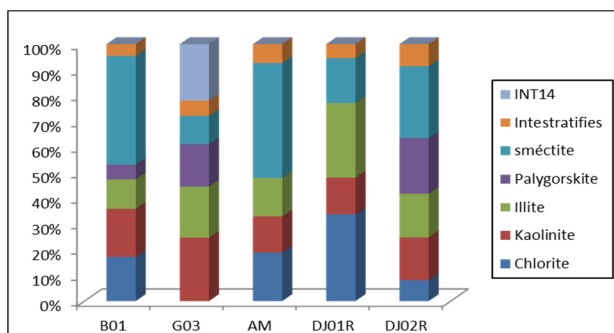


Fig.57. Cortège argileux des formations d'âge miocène moyen sommital (m⁴) Bassin d'el Outaya (Guedila)

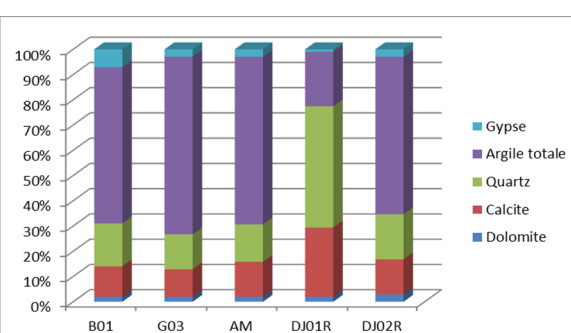


Fig.58. Minéraux non argileux des formations d'âge miocène moyen sommital (m⁴) Bassin d'el Outaya (Guedila)

V.1.4. Formations argileuses du miocène supérieur

V.1.4.1. Synclinal de Rhassira (Baniane)

Les formations d'âge miocène supérieur de la région de Baniane, sont représentées par des argiles marneuses gréseuses dont la fraction fines est de l'ordre de 28% à 59% constituée par une dominance de palygorskite (40% à 53%) accompagnée de 14% à 29% d'illite, de 08% à 13% de chlorite, de 05% à 15% de smectite, de 02% à 14% de kaolinite et des traces d'interstratifiés illite-smectite "(Tab. 16), (Fig. 59), (Fig. 61).

Les minéraux non argileux présents sont la calcite (15% à 30%), le quartz (16% à 29%), la dolomite (05% à 14%) et des traces de gypse. "(Tab. 17), (Fig. 60), (Fig. 62).

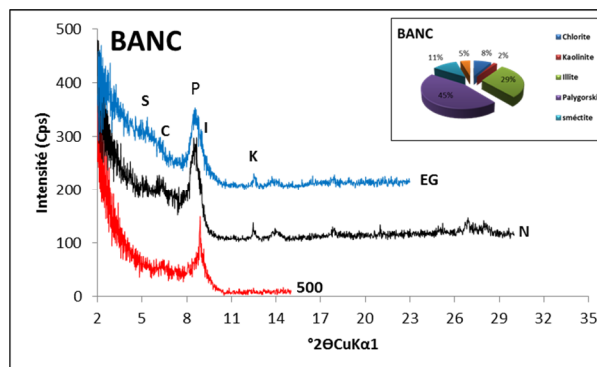
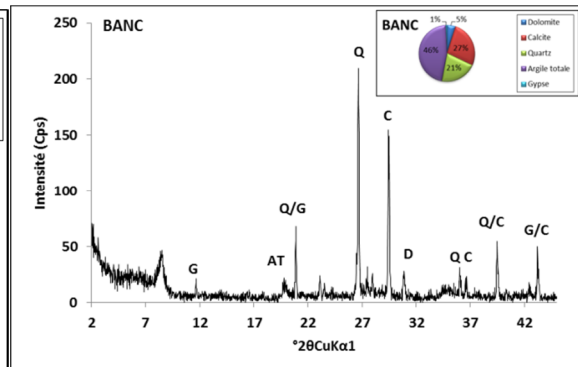
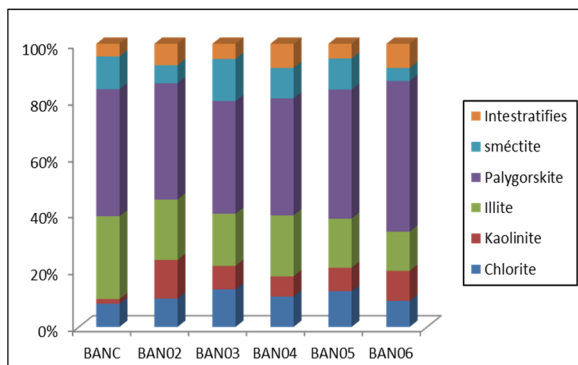
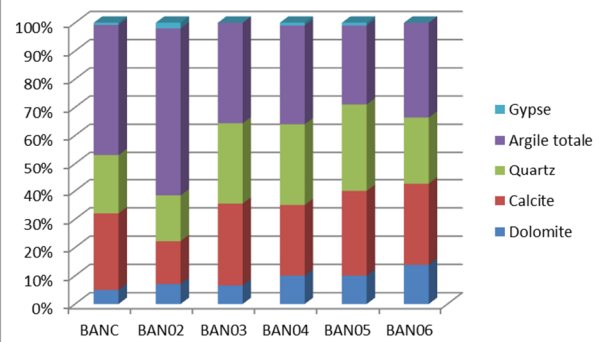
La superposition des données de la minéralogie avec celles du terrain montrent que le faciès s'enrichit en carbonate et en quartz en allant du centre du bassin vers la bordure en direction méridionale.

Tab 16. Cortège argileux des formations d'âge miocène supérieur (Baniane)

Ech	BANC	BAN02	BAN03	BAN04	BAN05	BAN06
Min(%)						
Dolomite	05	07	07	10	10	14
Calcite	27	15	29	25	30	29
Quartz	21	16	29	29	31	24
Argile totale	46	59	36	35	28	34
Gypse	01	02	00	01	01	00

Tab.17. Minéraux non argileux des formations d'âge miocène supérieur (Baniane)

Ech	BANC	BAN02	BAN03	BAN04	BAN05	BAN06
Min(%)						
Chlorite	08	10	13	11	13	09
Kaolinite	02	14	08	07	08	11
Illite	29	21	18	21	17	14
Palygorskite	45	41	40	42	46	53
Smectite	12	06	15	11	11	05
Interstratifiés (10-14)	05	08	05	09	05	09

**Fig.59.** Diffractogramme d'une lame orientée d'un échantillon d'âge Miocène supérieur (Baniane)**Fig.60.** Diffractogramme de poudre d'un échantillon d'âge Miocène supérieur (Baniane)**Fig.61.** Cortège argileux des formations d'âge Miocène supérieur (Baniane)**Fig.62.** Minéraux non argileux des formations d'âge Miocène supérieur (Baniane)

La variation minéralogique qualitative et quantitative des échantillons est le résultat du processus génétique de l'argilo-genèse contrôlant l'évolution des minéraux argileux (Thorez, 2003).

V.1.5. Confection des spectres longs

Afin de connaître le type dioctaédrique ou trioctaédrique des smectites présentes dans tous les secteurs d'étude, on a procédé à la confection de lames désorientées avec un large intervalle de 2θ (2 - 70°). Pour avoir des spectres long et ceci afin de localiser la réflexion d(060) (Holtzapffel, 1985) qui est pour tous les minéraux argileux, comprise entre 1,49Å et 1,54Å et qui représente un facteur primordial pour différencier le caractère di ou trioctaédrique des argiles. Le dépouillement des spectres longs effectués sur ces lames désorientées a montré que la réflexion (060) se positionne vers 1,49Å (**Fig. 63**). Ce qui suggère une smectite de type dioctaédrique (Holtzapffel, (1985) ; Millot, (1964) ; Thorez, (2003)). Un tel résultat a été confirmé par l'analyse des spectre FTIR réalisés sur les échantillons où on a suivi le comportement des groupes fonctionnels en étudiant les bandes d'absorption des hydroxyles structuraux (OH⁻) (Caillère, 1982), qui fournissent des indications sur le caractère di ou trioctaédrique suivant leurs bandes d'absorption qu'on a pu repérer au voisinage des valeurs suivantes : 3630 cm⁻¹ et 930 cm⁻¹.

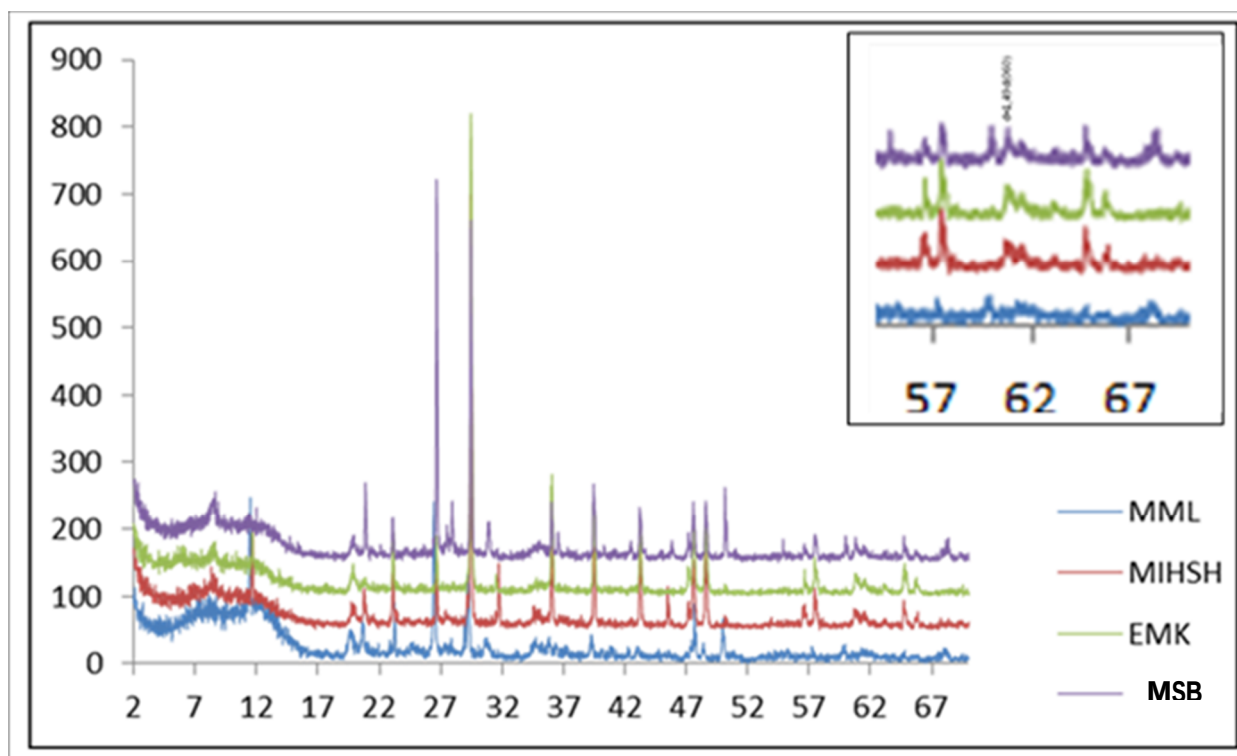


Fig. 63. Spectres long des échantillons des formations argileuses des différents étages géologiques. **MML** (miocène moyen de Loutaya) ; **MIHSH** (miocène inférieur de Hammam sidi el Hadj) ; **EMK** (Eocène moyen El Kantara) ; **MSB** ((Miocène supérieur Baniane)

V.1.6. Préparation des lames orientées selon la procédure de "Li- saturation"

V.1.6.1. Abondance relative de la montmorillonite et de la beidellite.

Sur la base du résultat précédent, relatif au caractère dioctaédrique des smectites et afin d'identifier l'abondance relative de la montmorillonite et de la beidellite, des lames orientées ont été préparées et analysées selon la procédure de "Li-saturation" (Lim et Jackson, 1986 ; Fagel et al, 2001).

L'estimation de l'abondance relative de la montmorillonite et de la beidellite qui font partie du groupe des smectites di-octaédriques a été identifiée par l'interprétation des diffractogrammes des lames orientées préparées selon la procédure de saturation au lithium (Lim et Jackson, (1986); Thorez, (2000) ; Fagel et al., (2001). Cette méthode est appelée test de Hofmann et Klemen, dont le principe est d'éliminer les charges octaédriques par passage du lithium en position octaédrique (Holtzapffel, 1985). En effet et après solvation, les montmorillonites qui, n'ayant plus de charges tétraédriques n'auront plus de charges octaédriques et ne pouvant plus fixer l'éthylène-glycol resteront donc à 10 Å°. En revanche, (Fagel et al., 2003) les beidellites qui possèdent des charges tétraédriques auront conservé leur aptitude de gonflement (**Figs. 64, 65, 66 et 67**), ce qui confirme que la smectite des formations miocène moyen et inférieur ainsi que celle de l'éocène moyen du synclinal d'El Kantara est totalement représentée par de la beidellite. Tandis que celle du miocène supérieur du synclinal de Rhassira, près de la localité de Baniane est constituée de 50% de montmorillonite et 50% de Beidellite.

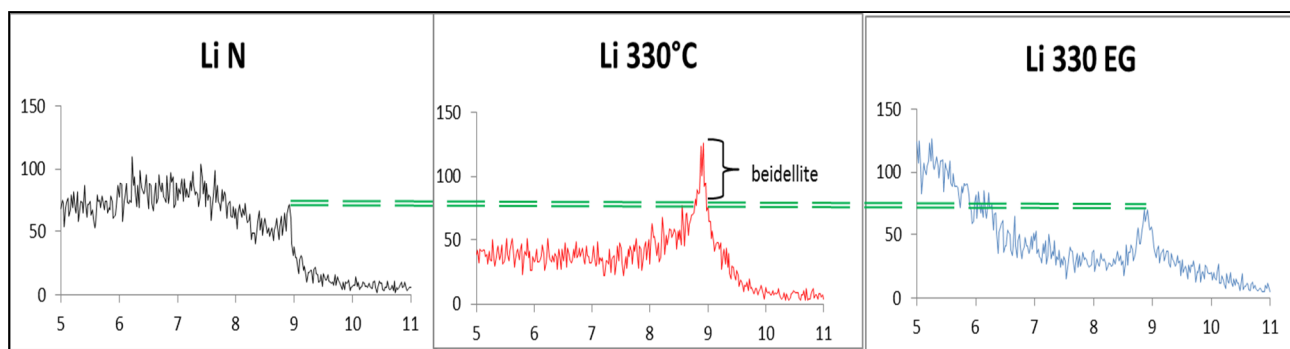


Fig. 64. Diffractogrammes d'un échantillon d'âge miocène moyen (Bassin de Loutaya) préparé selon la procédure Li- saturation Li N : lame saturée au lithium; Li N 330°C : lame saturée au Li, après chauffage à 330°C pendant 2h; Li 330 EG : lame chauffée après solvation par l'éthylène-glycol pendant une nuit.

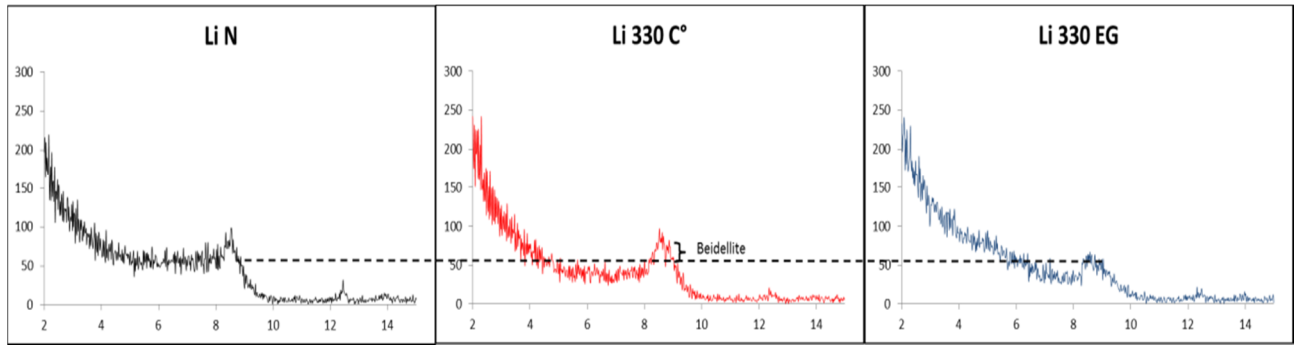


Fig.65. Diffractogrammes d'un échantillon de formation argileuse d'âge miocène Inf. (Bassin de Loutaya) préparé selon la procédure Li- saturation Li N : lame saturée au lithium; Li N 330°C : lame saturée au Li, après chauffage à 330°C pendant 2h; Li 330 EG : lame chauffée après solvation par l'éthylène-glycol pendant une nuit.

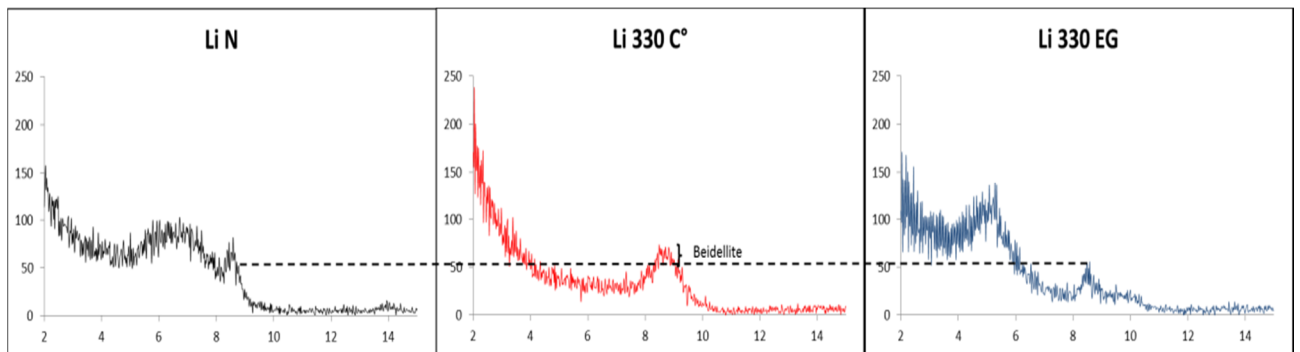


Fig.66. Diffractogrammes d'un échantillon de formations argileuses d'âge Eocène moyen (El Kantara) préparé selon la procédure Li- saturation Li N : lame saturée au lithium; Li N 330°C : lame saturée au Li, après chauffage à 330°C pendant 2h; Li 330 EG : lame chauffée après solvation par l'éthylène-glycol pendant une nuit.

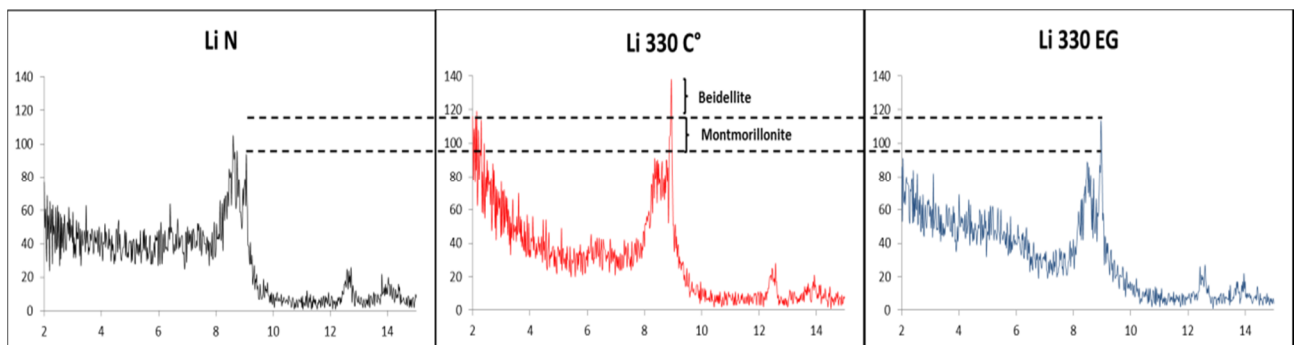


Fig.67. Diffractogrammes d'un échantillon de formations argileuses d'âge miocène supérieur (Baniane) préparé selon la procédure Li- saturation Li N : lame saturée au lithium; Li N 330°C : lame saturée au Li, après chauffage à 330°C pendant 2h; Li 330 EG : lame chauffée après solvation par l'éthylène-glycol pendant une nuit.

V.2. Caractérisation physico-chimique

V.2.1. Analyse chimique

V.2.1.1. Formations argileuses de l'Eocène moyen

V.2.1.1.1. Synclinal d'El Kantara

Les analyses chimiques mentionnées dans le **Tab.18** confirment les résultats de l'analyse minéralogique et en particulier l'aspect marneux des formations éocène d'El Kantara par le taux élevé de CaO qui est de l'ordre de 40% d'une part et le pourcentage très faible en SiO₂ et Al₂O₃ d'autre part.

Les taux plus au moins remarquables du MgO et K₂O témoignent respectivement de l'abondance de la palygorskite dans la partie Sud-Est (Ech. K08B) et la présence des traces de l'illite dont l'identification par DRX est délicate surtout en présence de la palygorskite, et ceci en raison de la superposition de leurs raies caractéristiques (10 Å pour l'illite et 10,40 Å pour la palygorskite).

Tab. 18. Composition chimique des formations argileuses (Synclinal d'El Kantara)

Ech	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	LOI	Σ
K08B	14,92	0,26	3,62	1,85	0,02	4,52	36,26	0,18	0,44	0,08	0	35,19	97,33
K02B	13,53	0,28	3,76	1,84	0,02	1,8	39,97	0,21	0,15	0,09	0	36,97	98,61

V.2.1.1.2. Synclinal de Rhassira (Rhoufi)

Les résultats du **Tab. 19** confirment la pureté de la palygorskite et la faible proportion des minéraux accompagnateurs (accessoires).

Tab.19. Composition chimique des formations argileuses (Synclinal de Rhassira - Rhoufi)

Ech	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	LOI	Σ
ATT02	40,56	0,48	8,16	3,5	0,05	11,32	10,16	0,2	0,85	0,13	0	25,83	101,24
ATT03	49,42	0,52	9,54	3,81	0,04	10,33	4,7	0,11	1,01	0,11	0	21,39	100,98

V.2.1.2. Formations argileuses du Miocène inférieur

V.2.1.2.1. Bassin d'El Outaya (Hammam Sidi El Hadj)

Les analyses chimiques mentionnées dans le **Tab.20** confirment les résultats de l'analyse minéralogique et en particulier l'aspect marneux de ces formations qui se traduit par le taux élevé du CaO qui est de l'ordre de 30%.

Les faibles taux de l' Al_2O_3 , SiO_2 et le MgO témoignent le pourcentage réduit en argile totale, la présence de Na_2O en proportion remarquable est due à la situation du site à proximité du dôme de sel d'El Outaya.

Tab. 20. Composition chimique des formations argileuses (Bassin d'El Outaya -Hammam Sidi El Hadj-)

Ech	SiO_2	TiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	P_2O_5	SO_3	LOI	Σ
H3B	23,88	0,25	6,98	3,35	0,03	2,54	29,38	1,08	0,64	0,17	0	29,64	97,94

V.2.1.3. Formations argileuses du Miocène moyen (m^3 & m^4)

V.2.1.3.1. Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)

La composition chimique des échantillons est reportée dans le **Tab. 21**. Les résultats montrent que les oxydes les plus abondants sont le SiO_2 , Al_2O_3 , CaO, Fe_2O_3 , MgO et le K_2O ; ils sont en concordance avec les données de la minéralogie. La silice (SiO_2) et l'alumine (Al_2O_3) indiquent la forte proportion des aluminosilicates et la proportion faible du quartz. Le magnésium (MgO) confirme la présence de la dolomite, la palygorskite et la beidellite. Le potassium (K_2O) témoigne de la présence de l'illite. Le fer (Fe_2O_3) indique la présence de la beidellite alors que le calcium (CaO) révèle la présence des carbonates et des sulfates (calcite, dolomite et gypse).

Tab.21. Composition chimique des formations argileuses du Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammorah, Guedila)

Ech	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	LOI	Σ
L2B	46,48	0,66	13,51	5,18	0,04	3,73	7,64	2,79	1,78	0,31	0	17,94	100,07
LT	43,54	0,68	13,02	4,67	0,02	3,04	12,4	1,56	1,86	0,25	0	19	100,02
H10	46,4	0,65	11,67	4,75	0,03	3,88	11,36	1	1,66	0,27	0	18,45	100,12
G22	50,43	0,88	17,8	6,84	0,08	2,74	3,99	0,54	1,93	0,23	0	15,03	100,47
B01	46,47	0,73	14,17	5,55	0,04	3,01	8,73	0,82	1,92	0,21	0	17,08	98,73
AM	46,91	0,68	15,41	5,83	0,04	2,74	7,61	0,83	1,89	0,24	0	17,5	99,7
DJ 02	47,38	0,65	14,58	5,78	0,05	2,94	8,94	0,39	1,95	0,22	0	17,21	100,09

V.2.1.4. Formations argileuses du Miocène supérieur

V.2. 1.4.1. Synclinal de Rhassira (Baniane)

Les données de l'analyse chimique des formations miocène supérieure du site de Baniane sont venues en concordance totale avec les données de la minéralogie où elles ont confirmé le caractère argilo-marneux et gréseux du faciès qui s'explique par le taux plus au moins élevé du CaO (16%) et du MgO et les faibles taux d'Al₂O₃ en rapport avec le SiO₂. L'abondance de la palygorskite, est confirmée par le pourcentage remarquable du MgO.

Tab. 22. Composition chimique des formations argileuses (Synclinal de Rhassira –Baniane-)

Ech	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	LOI	Σ
BANC	42,76	0,53	7,55	3,59	0,04	4,85	16,34	0,66	1,39	0,14	0	22,99	100,84

V.2.2. Analyse par Infrarouge

Les argiles qui se présentent le plus souvent sous forme mixte sont caractérisées par la complexité de leur maille cristalline et l'abondance des défauts structuraux, ce qui rend difficile l'interprétation de leurs données obtenues par la méthode de spectroscopie infrarouge (Fagel, 2015). À l'exception de la XRD, les méthodes d'études ne s'appliquent généralement que sur des phases argileuses pures ou simples, car les résultats sur phase mixte, par exemple, des assemblages argileux naturels de sols, sédiments ou roches sédimentaires, ne sont pas interprétables.

Sur la base des travaux de Caillère (1982), l'étude des argiles par cette méthode se base surtout sur le comportement des groupes fonctionnels considérés comme des sondes spectroscopiques infrarouges locales de la structure, qui sont indépendants du squelette cristallin des minéraux. Pour cette raison, on étudie les bandes d'absorption des hydroxyles structuraux (OH⁻) qui fournissent des indications sur le caractère di ou trioctaédrique, suivant leurs bandes d'absorption que l'on peut repérer selon le cas au voisinage des valeurs suivantes :

- caractère tri octaédrique : 3680 cm⁻¹ et 650 cm⁻¹
- caractère di octaédrique : 3630 cm⁻¹ et 930 cm⁻¹

Le dépouillement des spectres de tous les échantillons analysés a permis le repérage des bandes d'absorption des hydroxyles structuraux (OH⁻) au voisinage des valeurs suivantes : 3630 cm⁻¹ et 930 cm⁻¹. Cela vient confirmer les tests de saturation au lithium et le repérage des réflexions d (060) sur les diffractogrammes DRX, d'autre part et sur la base des travaux de Caillère et al., (1982), on a pu localiser les bandes d'absorption caractéristiques des minéraux argileux prédominants détectés par la diffraction X. et notamment :

- Les bandes 3625 et 3530 attribuées respectivement à la présence de la smectite et la Palygorskite (**Fig. 68**) ;
- Les bandes 3617 et 3507 indiquant la pureté et la prédominance de la palygorskite (**Fig.69**) ;
- La bande 3694 liée à la kaolinite et la bande 3622 à la smectite dans la **figure 70** ;
- Les bandes 3664 et 3618 liées respectivement à l'illite et la palygorskite (**Fig.71**) ;

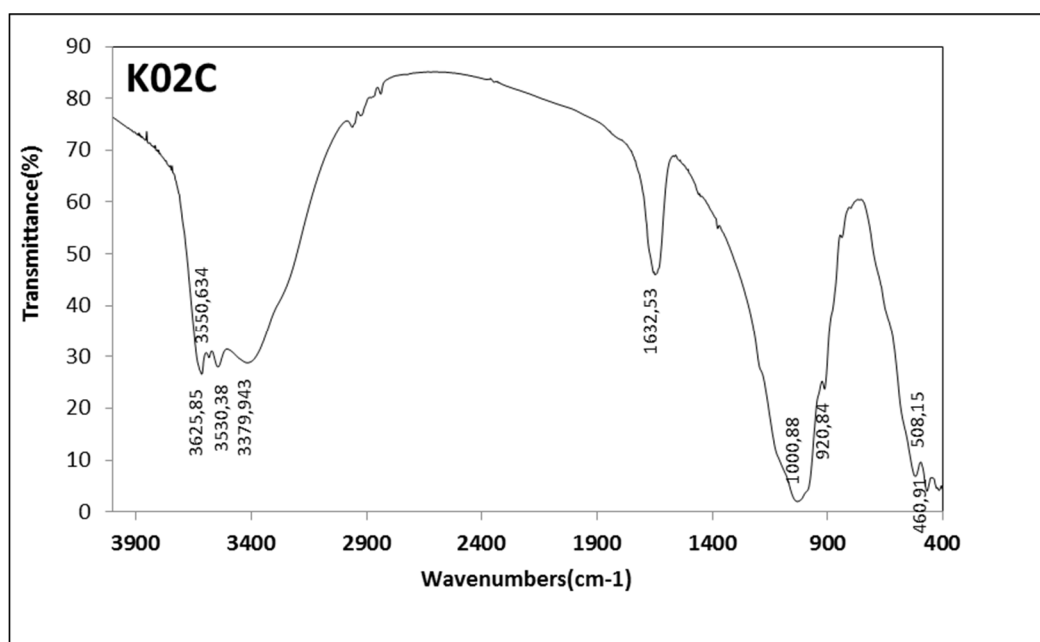


Fig.68. Spectres FTIR des échantillons des formations argileuses de l'Eocène moyen (El Kantara)

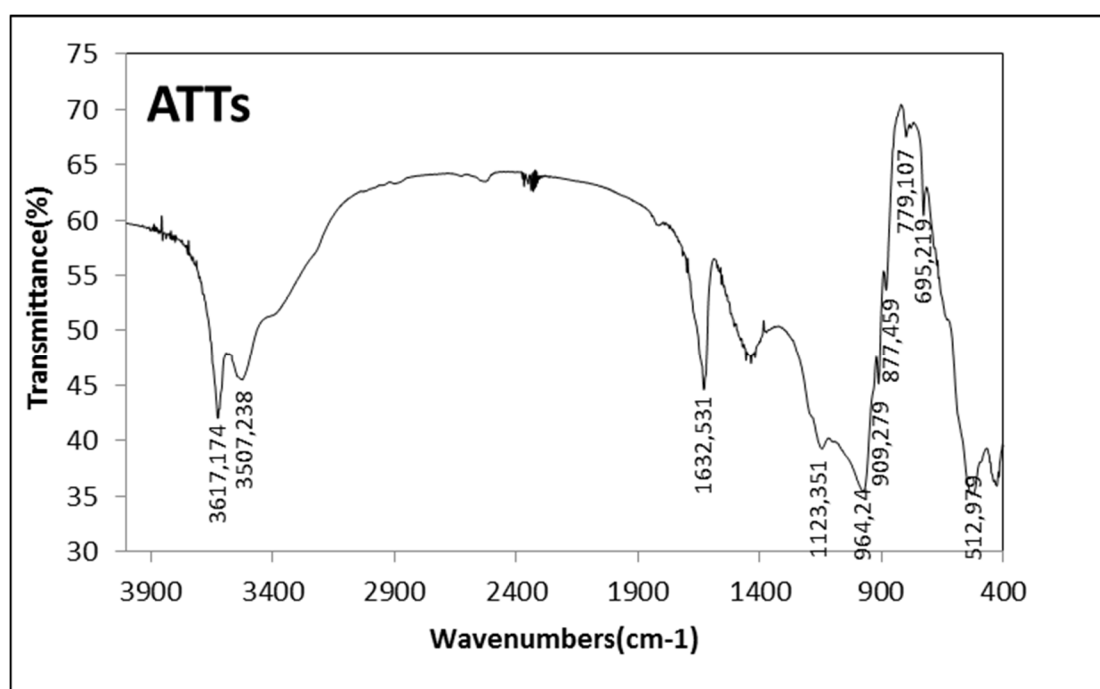


Fig.69. Spectres FTIR des échantillons des formations de l'Eocène moyen (Ghoufi)

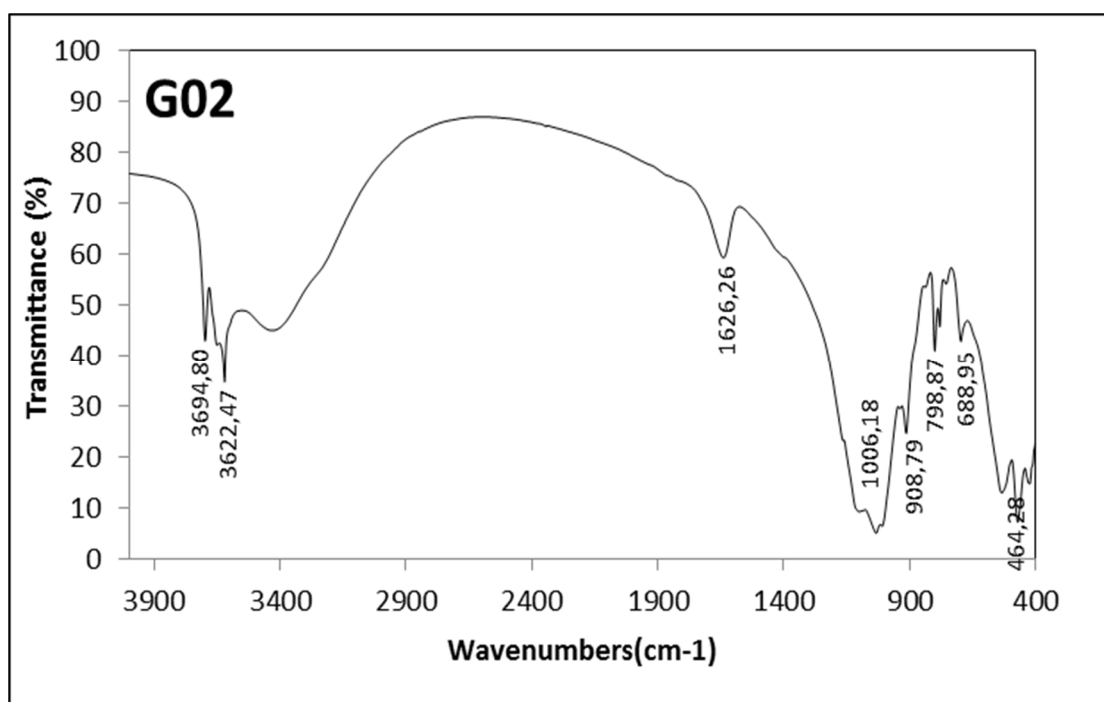


Fig. 70. Spectres FTIR des échantillons des formations argileuses du Miocène moyen

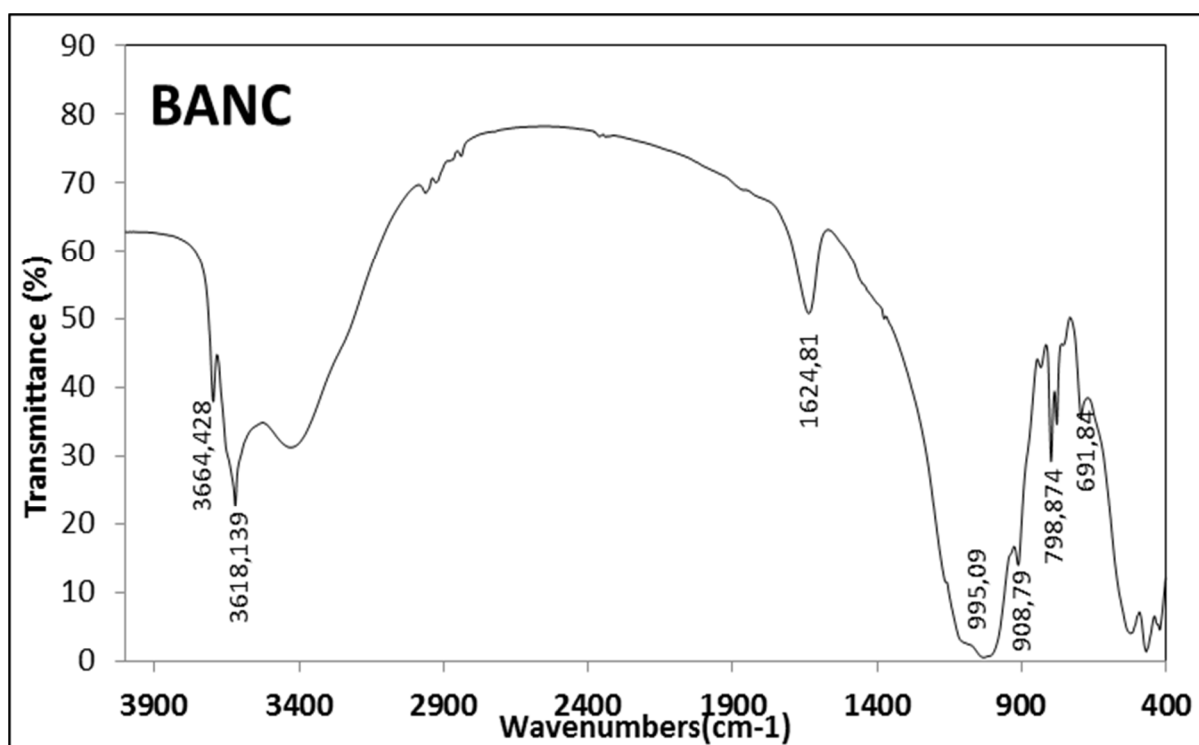


Fig. 71. Spectre FTIR des échantillons des formations Miocène supérieur (Baniane)

V.2.3. Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) et de la surface spécifique (SS)

Le calcul de la capacité d'échange cationique (CEC) ainsi que la surface spécifique (SS) (**Tab. 23**), révèle que les valeurs les plus importantes sont celles liées aux formations argileuses du miocène moyen qui sont très riches en fraction argileuse et dont le minéral le plus abondant est la smectite (type beidellite). Les valeurs sont comprises entre 23,63 et 29,83 pour la CEC et sont de l'ordre de 115 à 182 pour la SS. Les valeurs de la CEC et la SS des formations de l'Eocène et du Miocène inf. et sup. sont très faibles. En reflétant leur composition chimique, leur aspect marneux, le faible taux de la fraction argileuse et l'abondance de la palygorskite.

Tab. 23. Valeurs de la surface spécifique (SS) et de la capacité d'échange cationique (CEC)

Étage	Miocène moyen						Eocène moy Banian	Miocène Inf	Eocène moy Ghoufi	Eocène moy El Kantara
ECH	AM	BO1	H10	G02	G03	LT	BANC	H3B	ATT	K2C
SS m ² /g	169	116	142	182	115	181	80	84	57	100
CEC Meq/ 100g	37,05	37,72	23,63	29,83	35,22	29,53	11,88	13,83	7,16	21,77

Les valeurs obtenues sont légèrement inférieures aux valeurs des minéraux argileux de référence, **Tab. 24** ; ceci est dû à l'hétérogénéité des échantillons, d'une part et que les essais ont été effectués sur des échantillons bruts d'autre part.

Tab. 24. Valeurs de la capacité d'échange cationique et de la surface spécifique des minéraux argileux fréquents (Morel, 1996 ; BRGM, 1989)

Minéral	Surface totale m ² /g	CEC (milliéquivalent/100g)
Kaolinite	10-30	5-15
Illite	100-175	10-40
Smectites	700-800	80-150
Vermiculite	760	100-150
Chlorite	100-175	10-40
Palygorskite	100-200	20-30

V.2.4. Analyse morpho-structurale

V.2.4.1. Formations argileuses d'âge éocène moyen

V.2.4.1.1. Synclinal d'El Kantara

Les observations au microscope électronique (MEB), effectuées à différents agrandissements ont confirmé les données qualitatives et quantitatives de l'analyse minéralogique. Les photos (15 à 19) confirment l'abondance des minéraux non argileux, notamment les carbonates et le gypse (**Fig. 72**) au détriment de la fraction argileuse qui est représentée essentiellement par des fibres de palygorskite qui tapissent les cristaux de la calcite et les rosettes de smectite à bordures fibreuses (**Photo. 19**) témoignant probablement des traces du phénomène de transformation palygorskite-smectite.

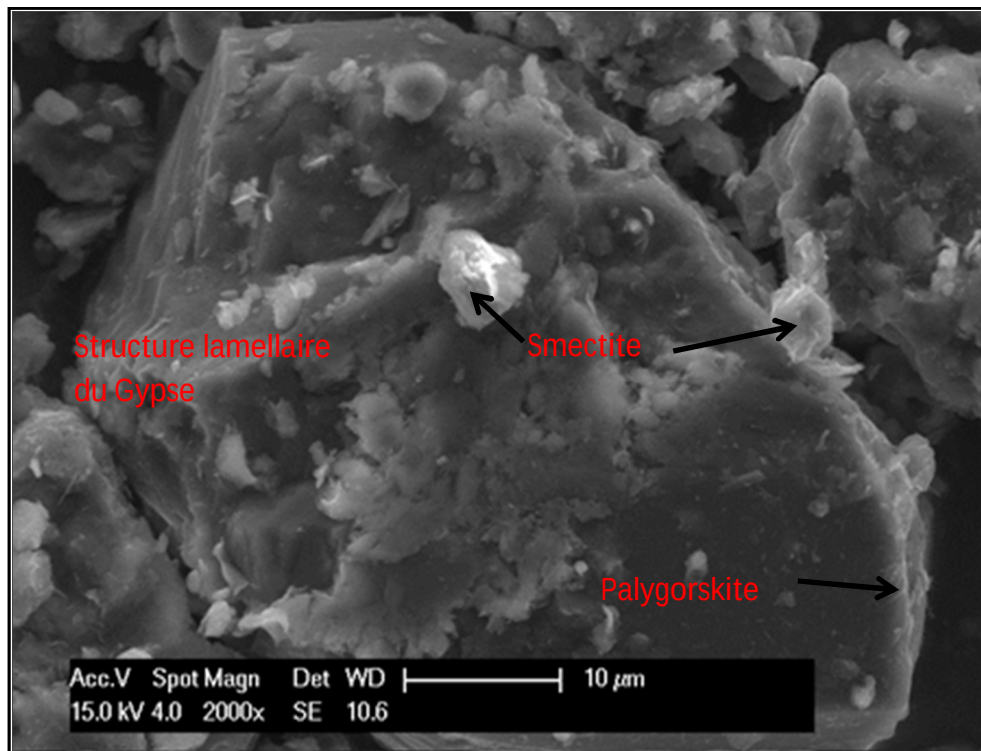


Photo MEB.15. Montrant l'abondance des minéraux non argileux au détriment de la fraction argileuse.

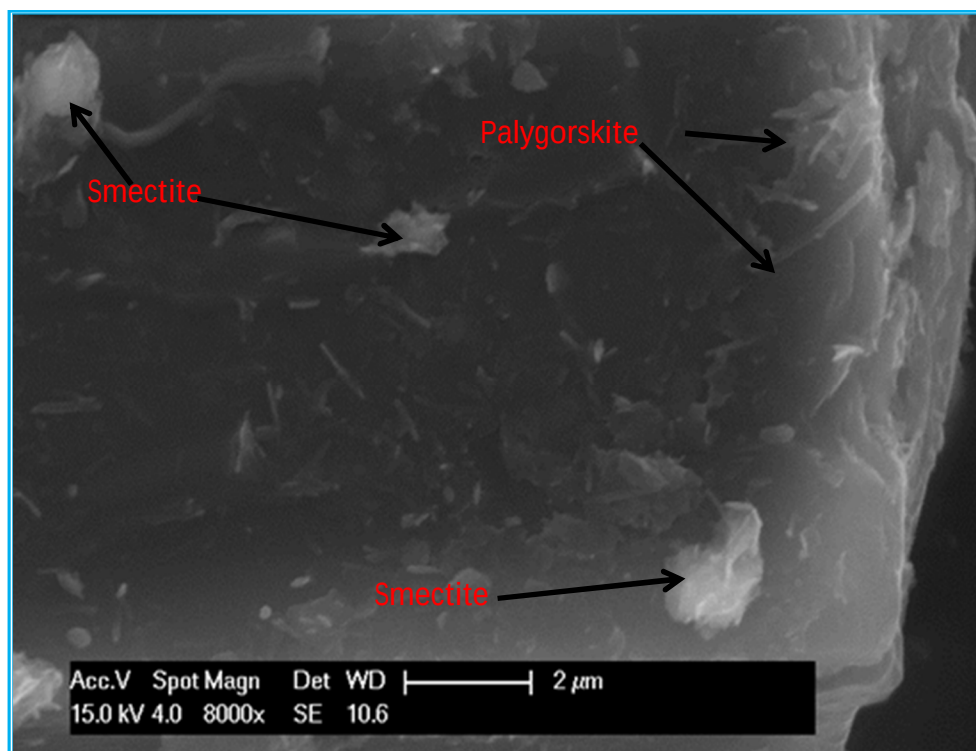


Photo MEB.16. Agrandissement de la photo 15, montrant des rosettes de smectite et des fibres de palygorskite.

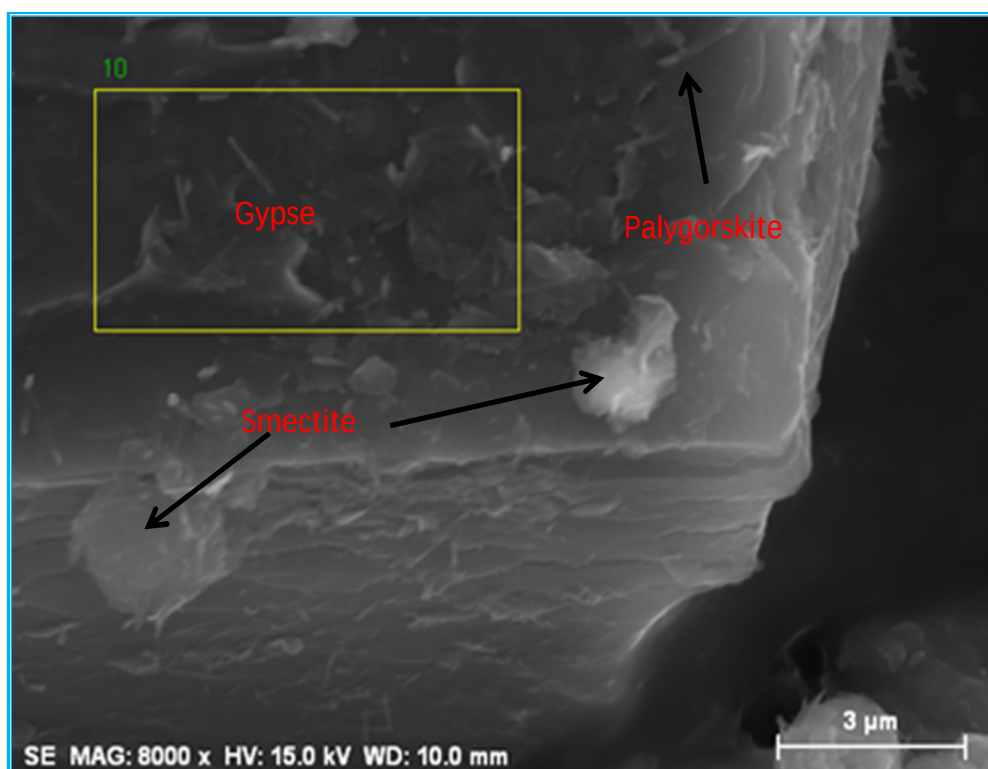


Photo MEB.17., Montrant des rosettes de smectite et des fibres de palygorskite tapissant un cristal de gypse.

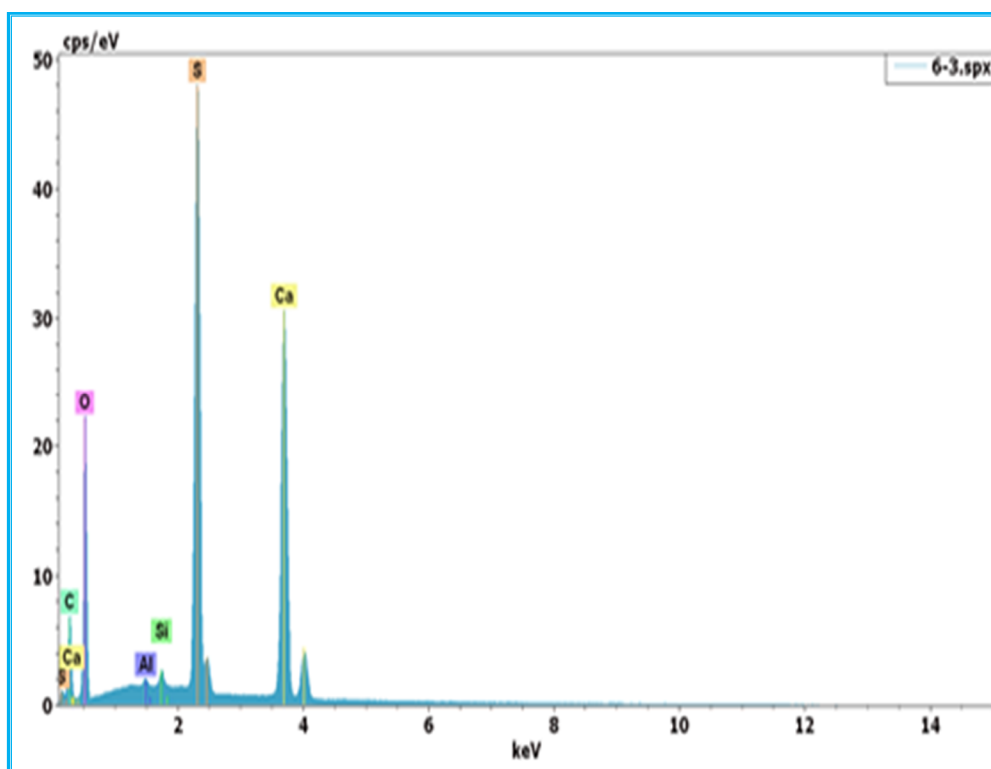


Fig. .72. Spectre EDAX d'un cristal de gypse (plage sur la photo 17)

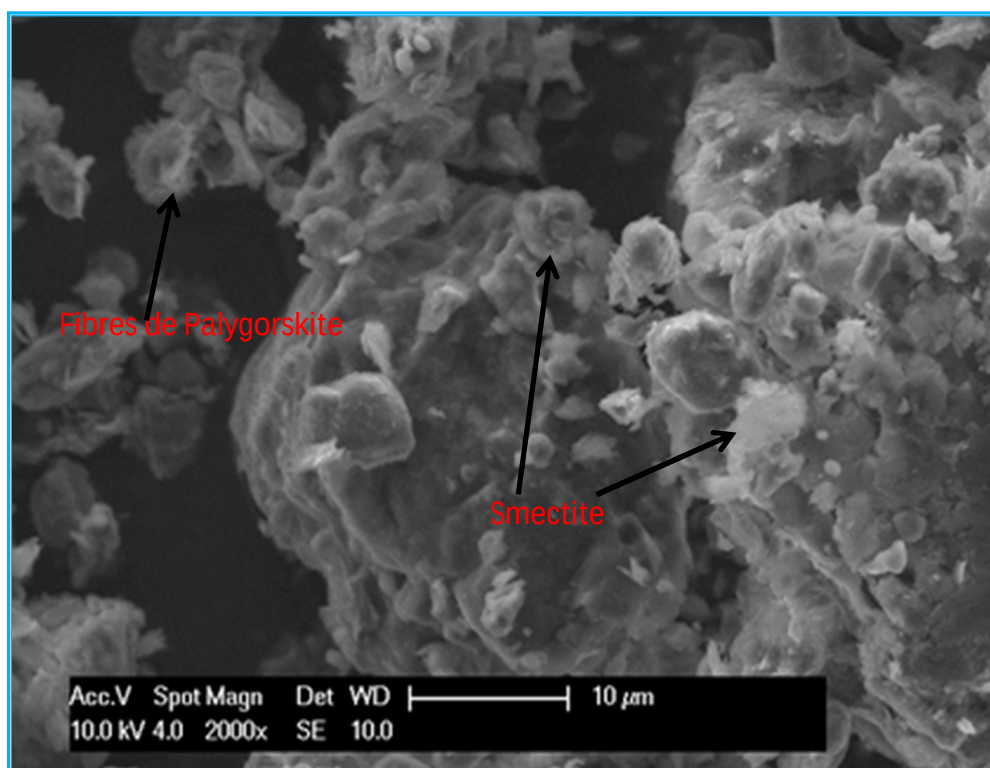


Photo MEB.18. Montrant l'abondance des rosettes de smectite entourées de fibres de palygorskite.

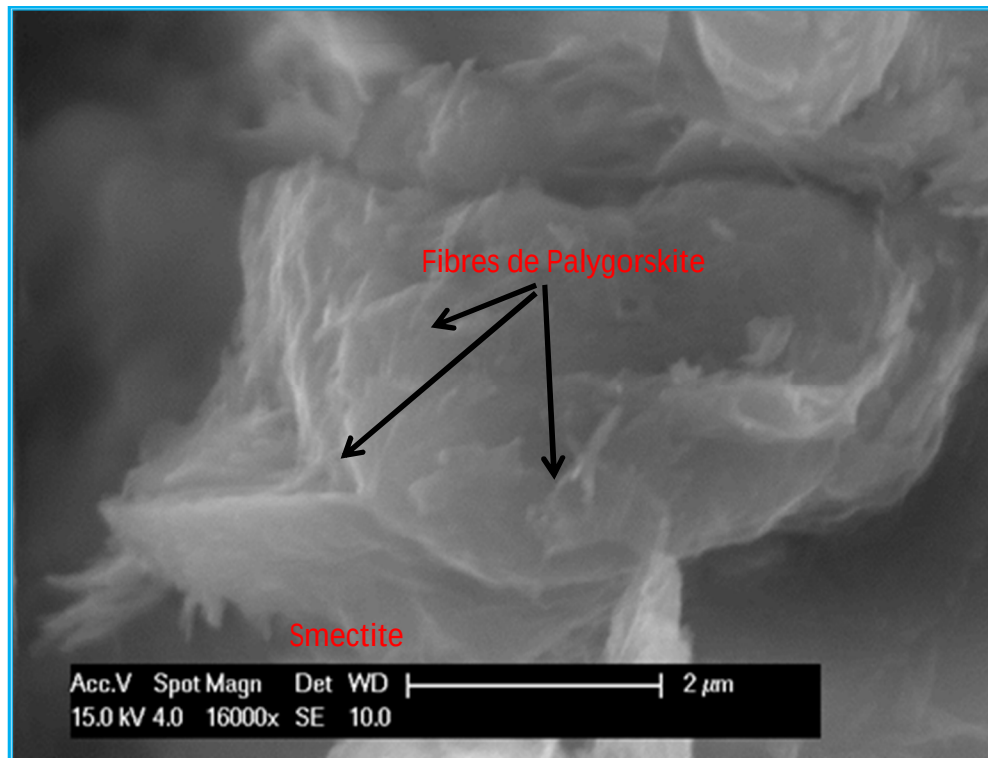


Photo MEB. 19. Montrant les bordures d'une rosette de smectite à aspect fibreux tapissées par des fibres de palygorskite.

V.2.4.1.2. Synclinal de Rhassira (Rhoufi)

Les observations au microscope électronique (MEB) effectuées sur des échantillons de palygorskite de Rhoufi ont confirmé la pureté de cette argile (**Fig.73**) qui se présente en fins filaments caractéristiques des minéraux néoformés et qui n'ont pas subi de mouvement, de transport ou de transformation (**photos 21 & 22**).

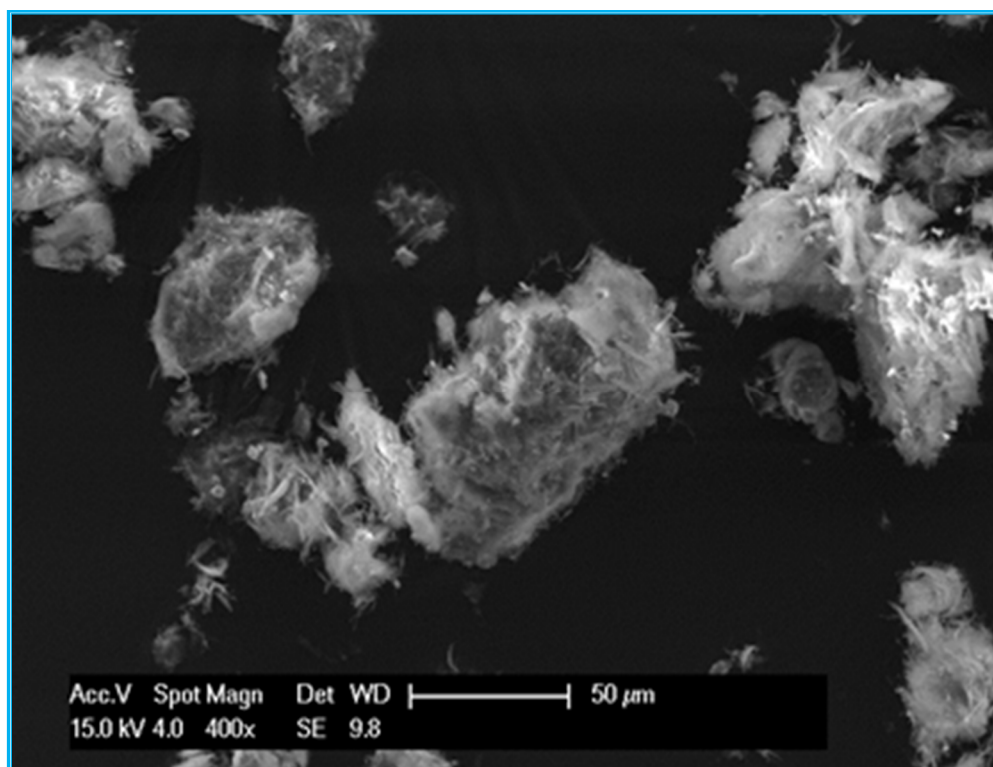


Photo MEB.20. Montrant l'aspect fibreux de palygorskite

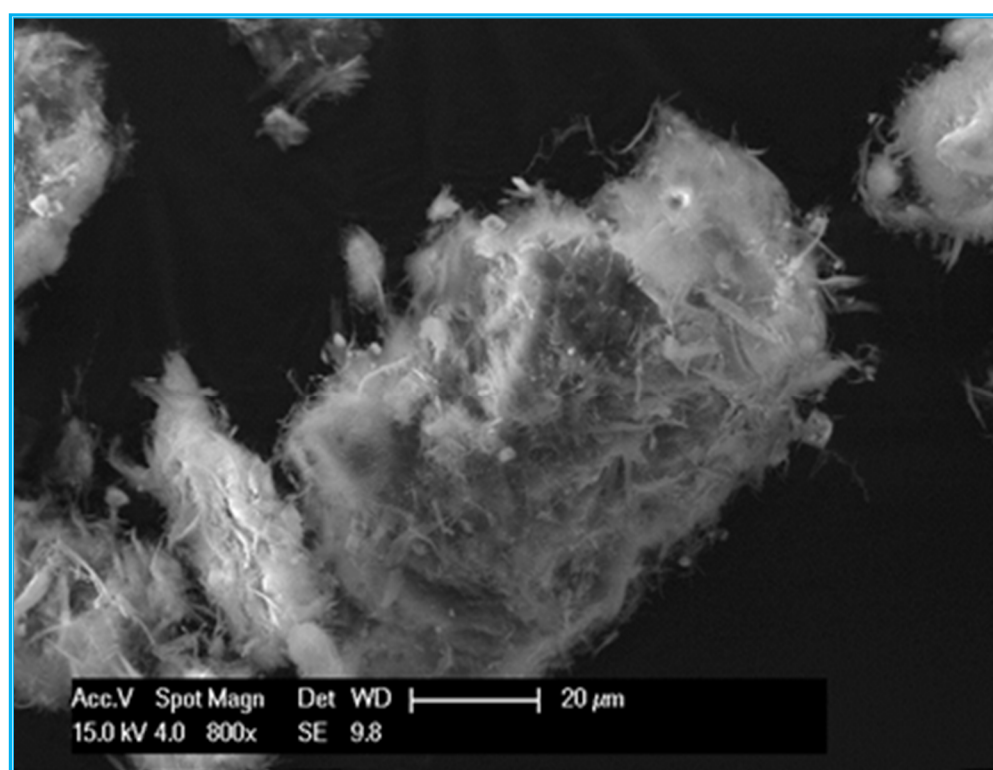


Photo MEB .21. Montrant la finesse des fibres de palygorskite

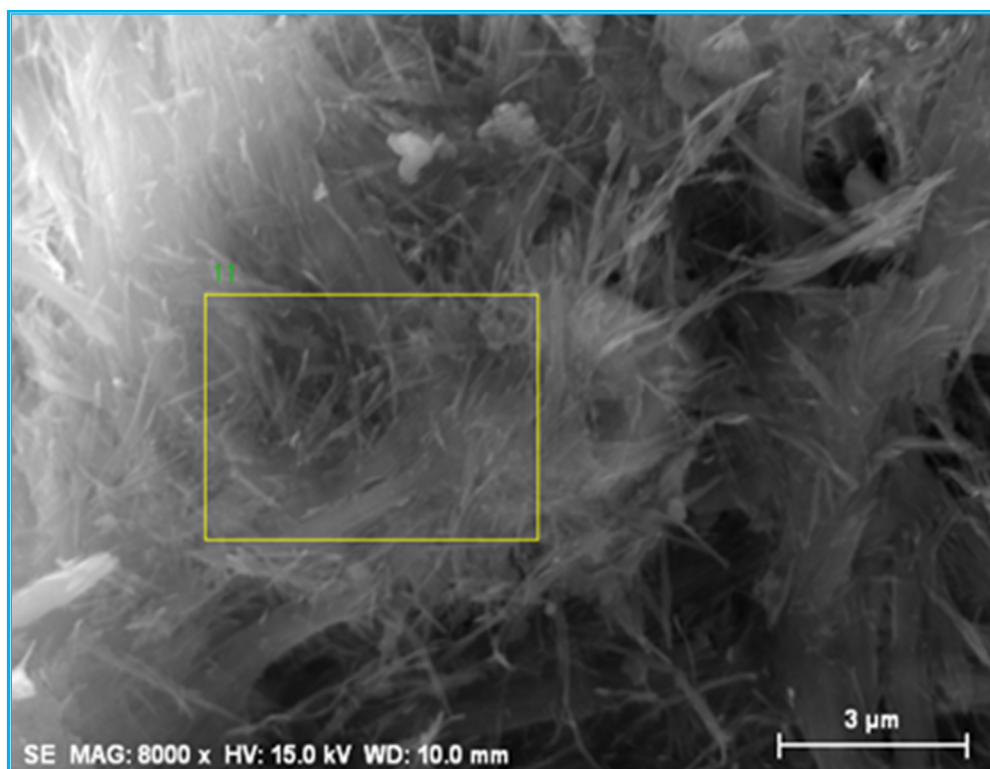


Photo MEB.22. Montrant la structure fibreuse typique de la palygorskite (agrandissement de la photo. 22)

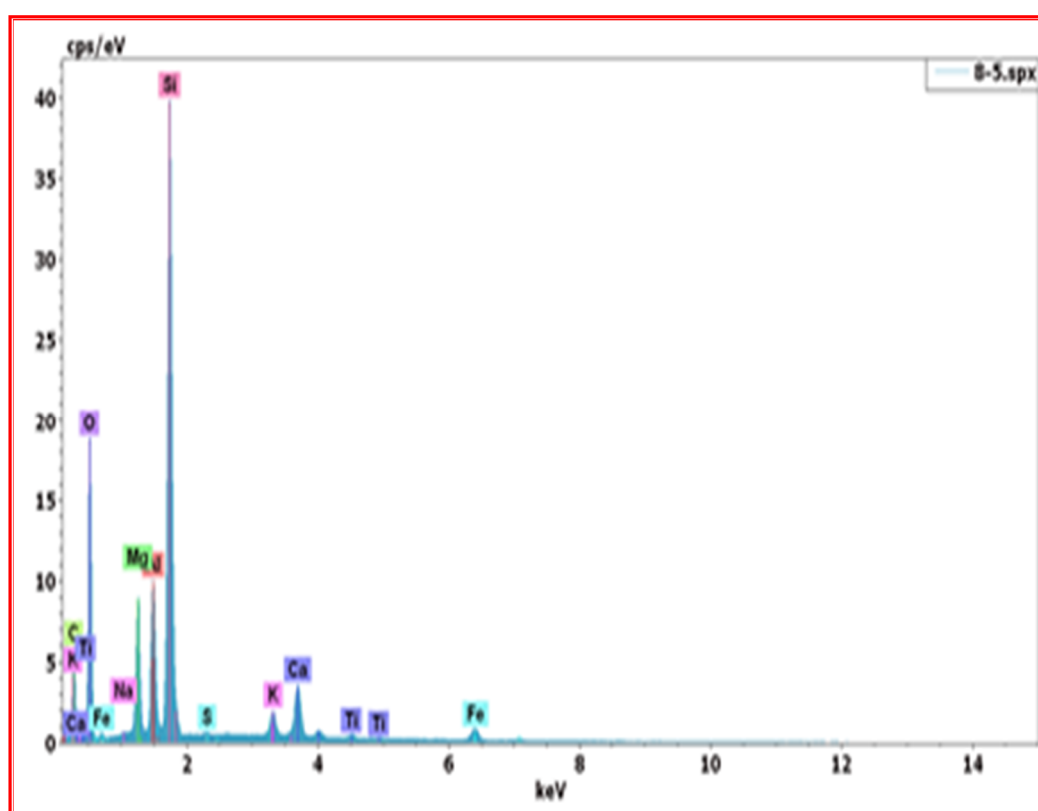


Fig. 73. Spectre EDAX (voir la photo. 23)

V.2.4.2. Formations argileuses du Miocène moyen (m³ & m⁴)

V.2.4.2.1. Bassin d'El Outaya (El Outaya, Branis, Djammarah, Guedila)

L'interprétation des photos des échantillons du miocène moyen observés au microscope électronique à balayage, a conduit à la confirmation de l'abondance de la fraction argileuse et la large dominance de la smectite, qui se présente sous forme d'un empilement de feuillets en lui donnant une structure lamellaire très nette. (Photos 23 à 26).

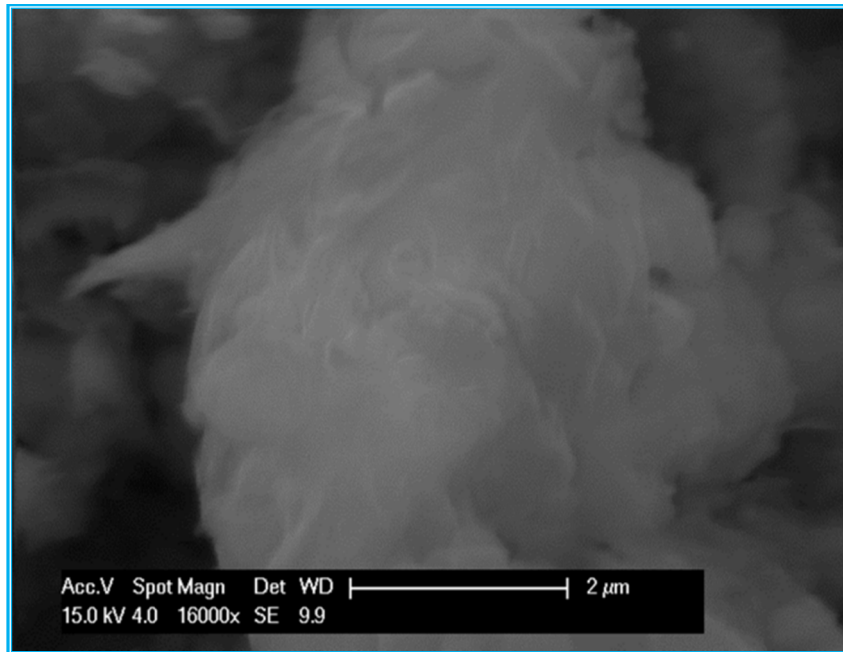


Photo MEB. 23. Montrant l'empilement des feuillets de smectite

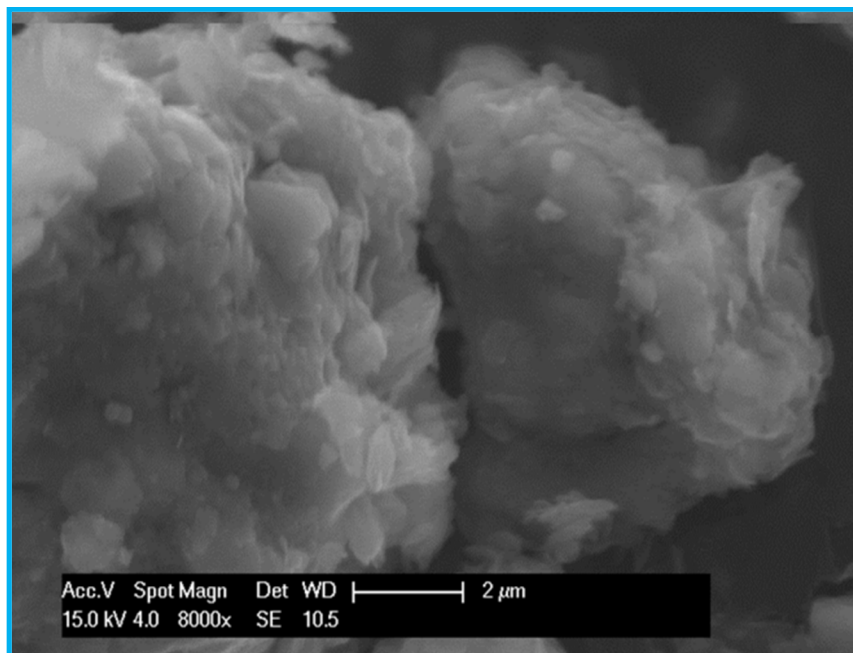


Photo MEB. 24. montrant la structure lamellaire des particules de la smectite

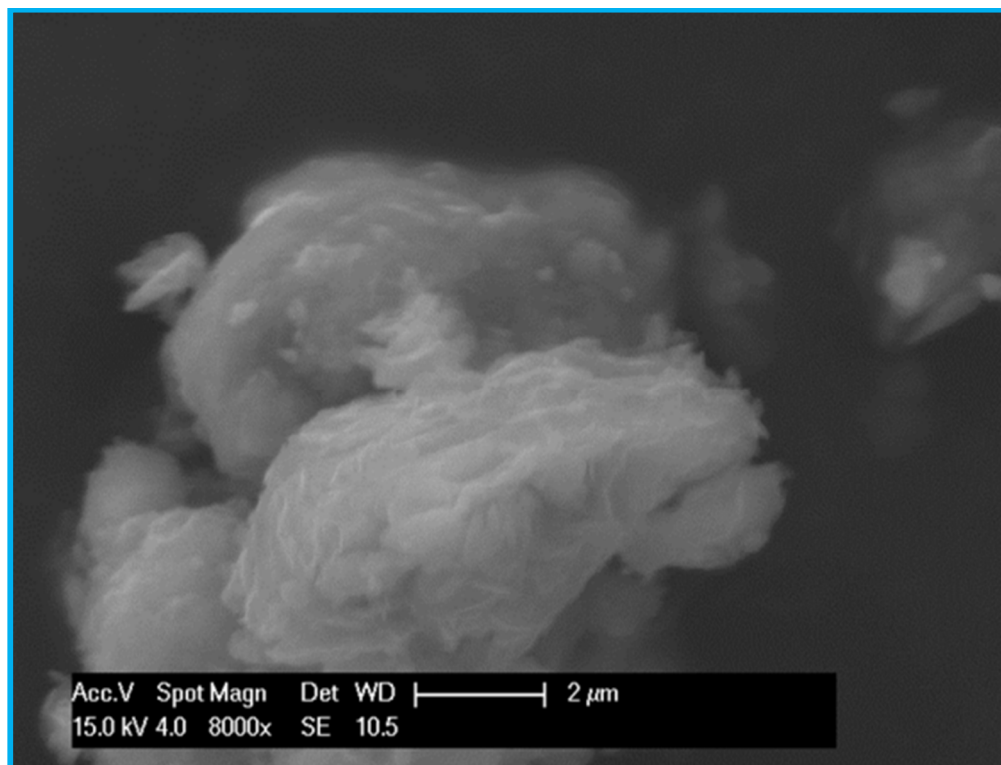


Photo MEB. 25. montrant la structure lamellaire en rosette des particules de la smectite

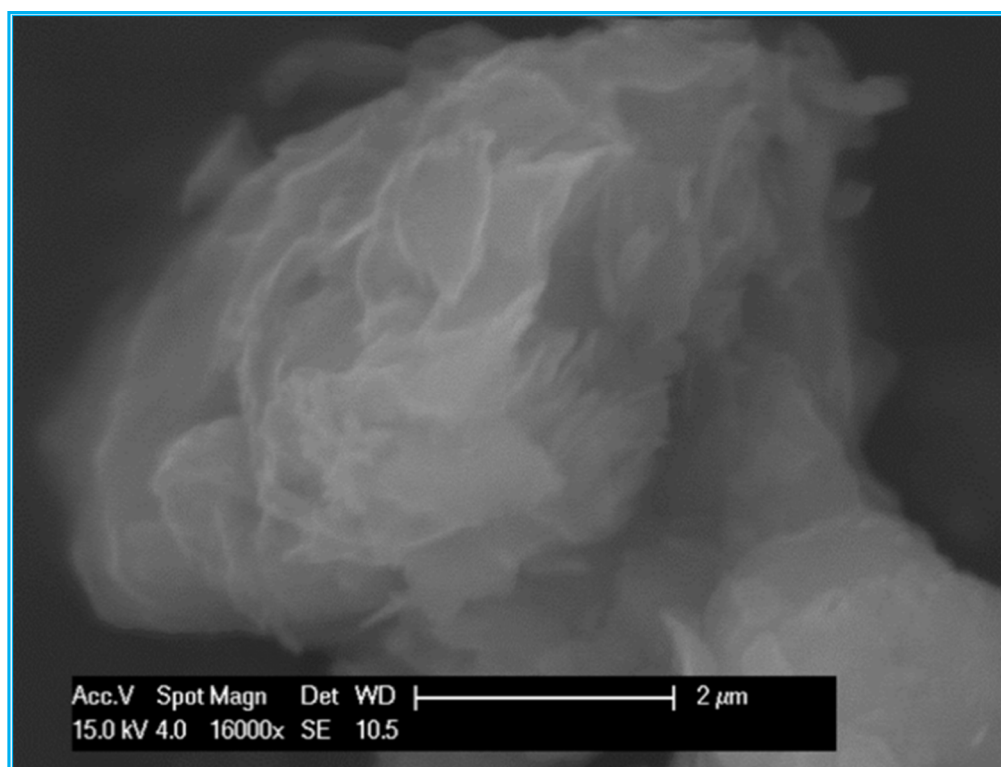


Photo MEB. 26. Montrant des feuillets isolés d'une particule de smectite

V.2.5. Analyse granulométrique

La lecture des données de l'analyse granulométrique (**Tab. 25**) montrent qu'elles sont en concordance absolue avec les résultats de la minéralogie, les valeurs de la surface spécifique, les proportions de la fraction argileuse ainsi que les essais géotechniques. Ces données permettent de classer les échantillons analysés en deux (02) familles (**Fig. 74**), la première, englobe les échantillons à aspect argileux, très riches en fraction fine du Miocène moyen caractérisés par des taux élevés de la fraction inférieure à $2\mu\text{m}$ et presque l'absence de celle supérieure à $63\mu\text{m}$ (**Fig. 77**), sauf pour les échantillons situés en bordure Est du bassin qui sont riches en quartz. La deuxième famille regroupe les échantillons à aspect marneux de l'Eocène moyen et du miocène inférieur et supérieur, (**Figs.75, 76, 78**), pauvre en fraction argileuse représentée essentiellement par la palygorskite et dont les fibres sont détectés comme des gros grains par le granulomètre laser.

Tab. 25. Répartition granulométrique des échantillons

Secteur		N° Ech	$2.00\ \mu\text{m} < \varnothing < 63.00\ \mu\text{m}$	$\varnothing > 63.000\ \mu\text{m}$	$\varnothing < 2.000\ \mu\text{m}$
Eocène moyen	El Kantara	K02C	84.329	4.935	10.736
		K08B	69.249	18.461	12.289
Eocène moyen	Ghoufi	ATT03	95.357	0.000	4.643
Miocène Inf.	Hammam Sidi El Hadj	H03B	80.250	1.046	18.704
Miocène Moy.	Loutaya	LT	74.757	0.000	25.243
		L100	81.530	0.000	18.470
		L02B	69,76	0,00	30,25
	Branis	B01	76.827	0.000	23.173
		AM	72.393	0.000	27.607
		H10	82.280	0.000	17.720
		BR01R	74.529	4.509	20.963
		B09R	77.168	0.199	22.633
	Guedila	G02	73.787	0.000	26.213
		G03	74.161	0.000	25.839
	Djammorah	DJ03R	87.080	1.756	11.163
		DJ01R	62.539	26.480	10.981
		DJ02R	70.834	1.139	28.027
Miocène Sup.	Baniane	BANC	91.149	0.480	8.371

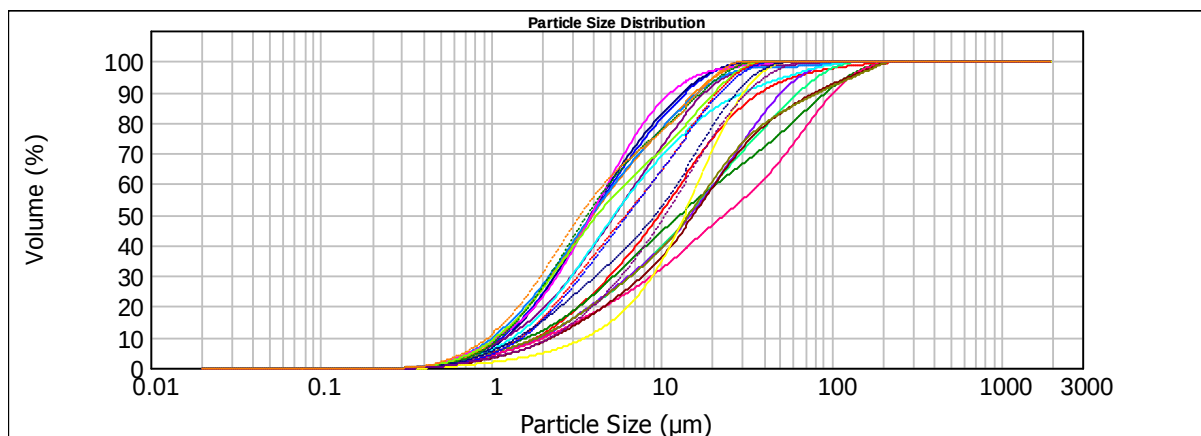


Fig.74. Courbes granulométriques "tous secteurs confondus"

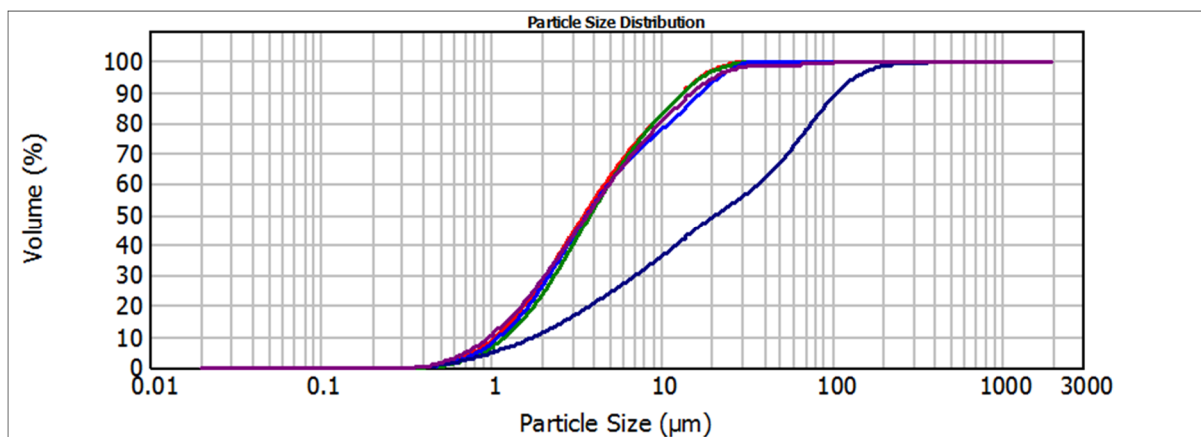


Fig.75. Courbes granulométriques des échantillons de l'Eocène moyen (El Kantara)

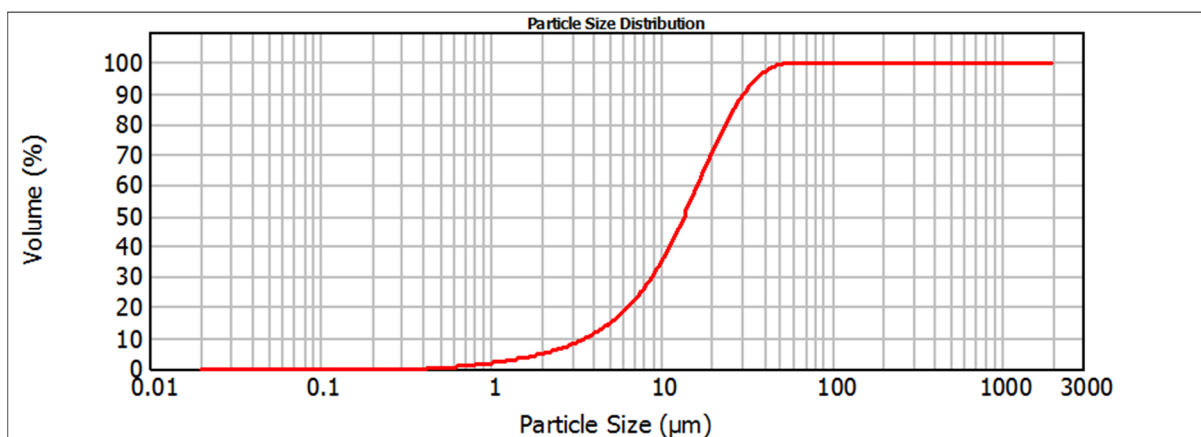


Fig. 76. Courbe granulométrique des échantillons de l'Eocène moyen (Ghoufi)

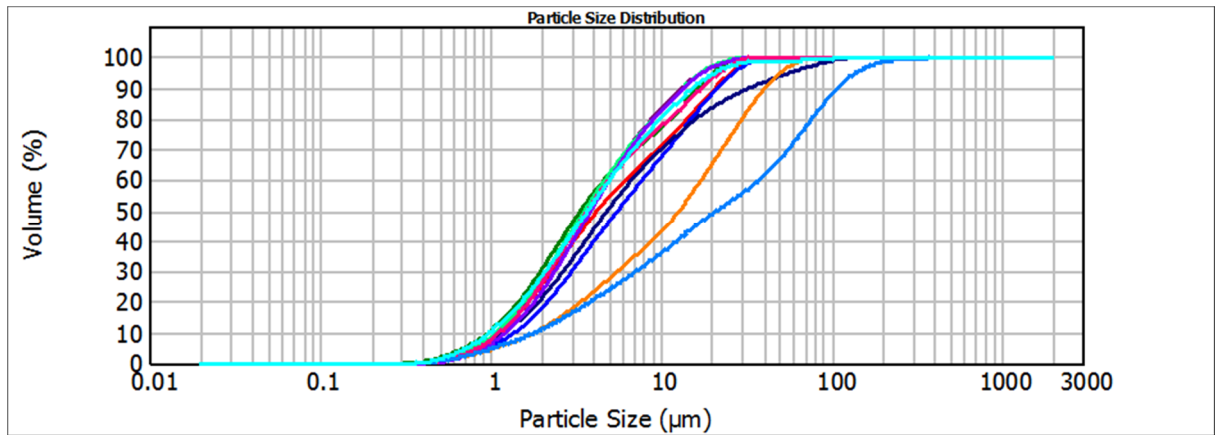


Fig. 77. Courbes granulométriques des échantillons du Miocène moyen

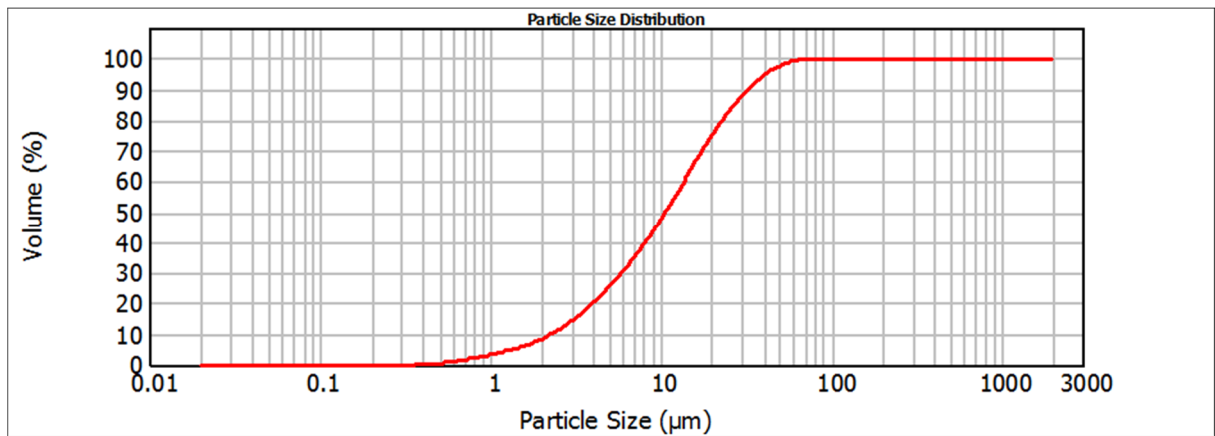


Fig. 78. Courbe granulométrique des échantillons du Miocène sup(Baniane)

V.2.6. Les limite d'Atterberg

Les limites d'Atterberg, mentionnées dans le **tableau 26** ont confirmé les données de l'analyse granulométrique ainsi que les valeurs de la surface spécifique de tous les échantillons analysés. La représentation des résultats dans le digramme de Casagrande (**Fig. 79**) a permis de répartir les échantillons en deux groupes :

- le premier groupe concerne les formations argileuses du miocène moyen qui sont classées comme des argiles très plastiques à l'exception des échantillons de la bordure Est du bassin ;
- le second groupe renferme les marnes d'âge miocène inférieur et supérieur et celles d'âge éocène moyen, classées comme étant des argiles peu plastiques, en raison de la présence de la calcite et la faible proportion de la fraction argileuse représentée principalement par la palygorskite, caractérisée par une limite de liquidité (W_L) et limite de plasticité (W_P) très élevées.

Tab. 26. les limites d'Atterberg (Limite de liquidité (W_L), Limite de plasticité (W_P) et Indice de plasticité (I_P))

N° Ech.	Limite de liquidité (W_L)	Limite de plasticité (W_P)	Indice de plasticité (I_P)
K2C	34,33	18,80	15,53
AM	67,6	38,79	28,81
GR4	64,1	33,77	30,33
H10	71	28,91	42,09
BANC	104,5	37,66	66,84
LY01	58,85	27,79	31,06
DJ03R	43,3	25,67	17,63
G05R	86,4	34,34	52,06
ATT	141	105,99	35,01

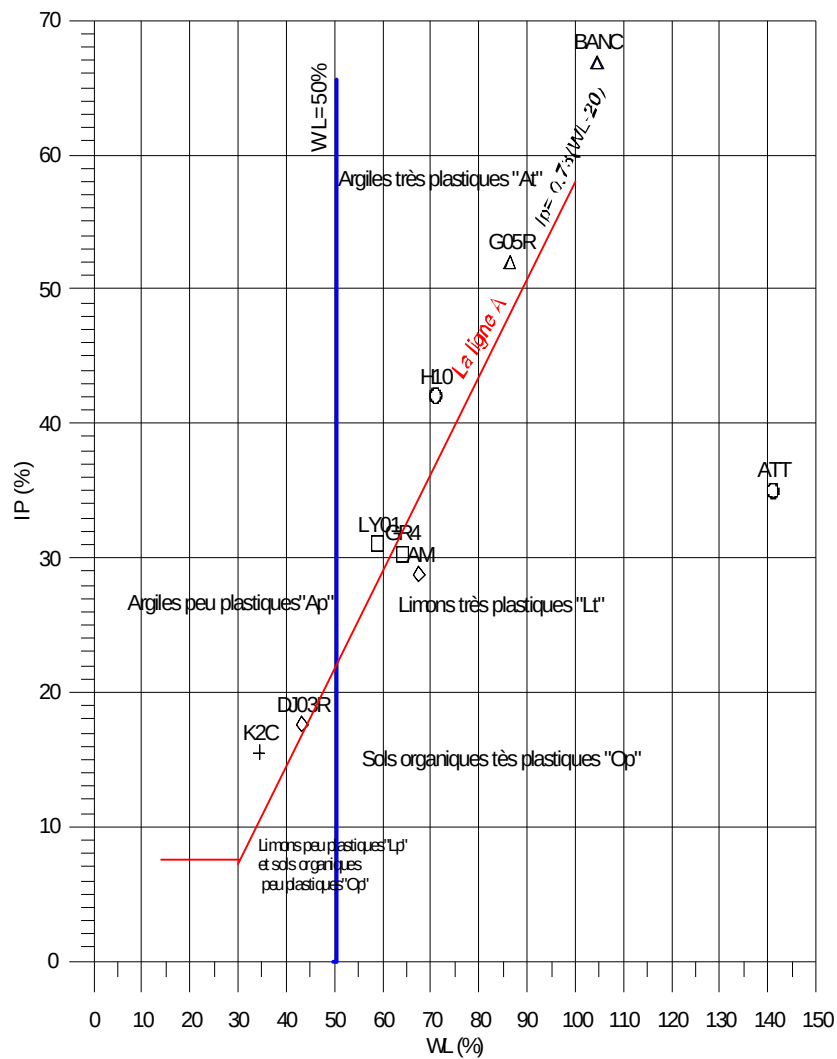


Fig. 79. Classification des échantillons selon le diagramme de Casagrande.

Conclusion

Les différents essais de caractérisation sont venus concordantes entre eux et ayant permis de regrouper les échantillons analysés en quatre groupes, en plus de la couche de palygorskite de Rhoufi.

- Le premier groupe englobe les formations marneuses d'âge miocène inférieur avec un taux moyen de fraction fine (40%), dont le minéral argileux le plus dominant est la palygorskite accompagné essentiellement d'illite.
- Le deuxième groupe renferme les argiles d'âge Miocène moyen, caractérisées par l'abondance de la fraction fine qui peut atteindre les 70%, dominée par la smectite (type beidellite).
- Le troisième groupe, renferme les argiles marno-gréseuses du Miocène supérieur qui sont caractérisées par un taux variable de fraction fine et qui varie entre 28 et 59%. Elle est principalement représentée par la palygorskite accompagnée de l'illite, chlorite et smectite.
- Le dernier groupe, regroupe les formations marneuses d'âge éocène moyen, caractérisées par une faible proportion de la fraction fine qui est de l'ordre de 35% et représentée principalement par de la smectite et de la palygorskite.

Les résultats de caractérisation ont permis de retenir les formations argileuses du Miocène moyen et la couche de palygorskite de Rhoufi comme matière argileuse susceptible d'être valorisée.



VI. DISCUSSION

VI. DISCUSSION

VI.1. Domaines d'application

Généralités

Parmi les substances naturelles solides les plus abondantes, on trouve la matière argileuse, souvent disponible à ciel ouvert et peu onéreuse. Elle a fait l'objet de nombreuses études, fondamentales et appliquées, pour son intérêt scientifique (paléogéographie, paléoclimat) et économique (différentes utilisations industrielles). Les minéraux argileux sont des nanomatériaux, dont les applications sont extrêmement nombreuses, grâce à leurs propriétés physico-chimiques variées : gonflement, pouvoir absorbant et adsorbant, capacité d'échange cationique, faible perméabilité, forte plasticité, capacité de former des suspensions colloïdales et durcissement à la chaleur.

C'est la sollicitation d'une ou de plusieurs de ces propriétés qui justifie son emploi dans les nombreuses applications industrielles et permettent notamment leur utilisation comme liant, céramique, poterie, briques, tuiles, terre cuite, faïence, porcelaine, matériaux de construction, décolorant, dépolluant, agent de texture dans les peintures, agent de blanchiment du papier, ou agent de renforcement des matériaux plastiques à base de polymères (Thorez, 2003; Fagel, 2015 ; Caillère et al., 1982), stockage des déchets radioactifs, des déchets ménagers et industriels, catalyseurs, membranes pour des procédés de filtration dans l'industrie agro-alimentaire (Murray, 1991, 2000), cosmétique, médicament,...

VI.1.1. Domaines d'études

Grace à leurs propriétés et leurs diverses applications, les argiles et les minéraux argileux se placent aux centres d'intérêt de nombreux intervenants (Fagel, 2003) de divers domaines qui se préoccupent des usages qui leurs sont réservés. Pour les géologues, les argiles fournissent des informations sur les conditions environnementales (source, condition de formation, diagenèse...). Les ingénieurs pétroliers les considèrent comme indicateurs de maturation des gisements. Les ingénieurs en génie civil s'intéressent à leurs propriétés en tant que matériel industriel (réfractaires, matériaux de construction). Les pédologues et les agronomes s'intéressent aux propriétés des sols et leurs analyses minéralogiques, pédo-chimiques et texturales pour en déduire leur potentialité et donc leur vocation agricole (Pedro, 1984). Les céramistes étudient les propriétés et le comportement des argiles pendant le chauffage à haute température. Le géotechnicien s'occupe de leurs propriétés géotechniques

et leur rôle dans la stabilité des édifices. Pour les industriels et en fonction de la vocation, l'axe de valorisation et les procédés de fabrication se sont les propriétés géologiques, minéralogiques et comportementales des argiles dites nobles ou économiques (smectite, kaolinite, palygorskite, sépiolite) qui sont mises en œuvre.

VI.1.1.1. Quelques utilisations industrielles des argiles

Les argiles sont classées parmi les minéraux industriels dont l'utilisation est subordonnée à plusieurs facteurs et exigences technologiques concernant essentiellement la composition minéralogique et les propriétés physico-chimiques et comportementales en particulier, la nature et les dimensions des grains, la composition chimique globale, la surface spécifique, la capacité d'échange cationique et anionique et d'autres propriétés spécifiques liées aux applications particulières, telle que la viscosité, la plasticité l'abrasivité, le durcissement à la chaleur, la capacité de former des colloïdes, la sorption, la réactivité en présence des fluides et les impuretés en éléments nuisibles.

Dans les diverses utilisations des argiles (Thorez, 2003 ; Fagel, 2003 ; Caillère, 1989 ; Robertson, 1960), (**Tab. 27, 28**), chaque utilisateur se concentre sur certaines propriétés. Les propriétés souhaitées et les niveaux d'exigence varient d'une industrie à une autre ; à titre d'exemple, le comportement rhéologique est très important pour l'industrie de la céramique, mais cela n'est pas le cas pour la fabrication des réfractaires. La présence du quartz est ennuyeuse dans le kaolin destiné à l'industrie du papier, par contre sa présence empêche la déformation de la céramique pendant la cuisson.

Tab. 27: Différents domaines d'utilisation des argiles

(Thorez, 2003; Fagel, 2003; Caillère, 1989)

Domaine d'utilisation	Le minéral argileux Principal	Les applications
Industrie céramique	Argiles mixtes	Fabrications des liants, briques Tuile...
	Kaolinite Talc	Fabrication des carrelages pour pavages Des sols- faïences émaillées pour Sanitaire -carrelages muraux et Décoratifs- objets d'art- poterie
industrie	Argile Kaolinitique	-fabrication : -réfractaires pour fours et creusets -réfractaires pour cheminées -les isolants électriques.
fonderie	Smectite (bentonite)	Fabrication -liant pour les sables utilisés en fonderie
Industrie Pétrolière + forage	Montmorillonite Sodique (bentonite)	Fabrication -boues de forage.
	Palygorskite et sépiolite	Fabrication -boues de forage en milieu salé
	Halloysite Kaolinite Montmorillonite sépiolite	Utilisées comme support de catalyseurs au cours de raffinage du pétrole
Industrie Pharmaceutique, Médicale Et fabrication des cosmétiques	kaolinite Palygorskite Talc.	Fabrication : -pansements stomacaux et intestinaux -Emplâtres pour la consolidation des fractures. -Bains de boues pour le traitement de Rhumatisme. -traitement des blessures chez les animaux par

		applications d'argiles. -Litières pour animaux domestiques
	Smectite Talc.	-préparation de nombreux cosmétiques (savons, shampoings, pommades, crèmes, dentifrices). -préparations des masques faciaux.
Industrie chimique	smectite	Utilisée dans le dégraissage et le nettoyage des vêtements et le traitement du cuir.
	sépiolite	-utilisée comme produits déshydratants -fabrication des pipes, des filtres et fumes cigarettes. -
	Sépiolite et Attapulgit	Utilisées sous forme de granulés absorbants.
	Kaolinite Smectite tac	- Fabrication des papiers, des emballages, des caoutchoucs, et les matières plastiques - Élimination de l'encre d'imprimerie - Favorisent la fixation des matières colorantes sur les tissus ainsi celles des pigments entrant dans la fabrication des peintures, des cirages et des encres. - Fabrication des mastics et des pâtes à modeler .
	vermiculite	Fabrication des matériaux transparents qui garantissent d'excellentes protections thermiques, du fait de leurs propriétés d'expansion par chauffage.
	Argiles mixtes (fines et crues)	Servent à polir les métaux précieux.
Industrie Minière	Montmorillonite	-Fabrication des explosifs -bouletage des minerais de fer.
Industrie Agro- Alimentaire	Bentonite (Montmorillonite	Employée pour la filtration et la clarification des boissons (eaux, cidres, bières) et les huiles

	sodique)	alimentaires.
	Montmorillonite	Utilisée dans l'industrie sucrière pour améliorer le rendement en sucre des mûllasses.
	Calcique	Production des aliments de bétail.
Environnement	Talc	
	Montmorillonite	Rétention des éléments en traces
	Et la vermiculite	Piégeage des métaux lourds toxiques
	Montmorillonite	Construction des barrières imperméables dans les centres d'enfouissements techniques pour le stockage des déchets radioactifs.
	Smectite	

Tab. 28. Différentes utilisations de la Palygorskite (Robertson, 1960)

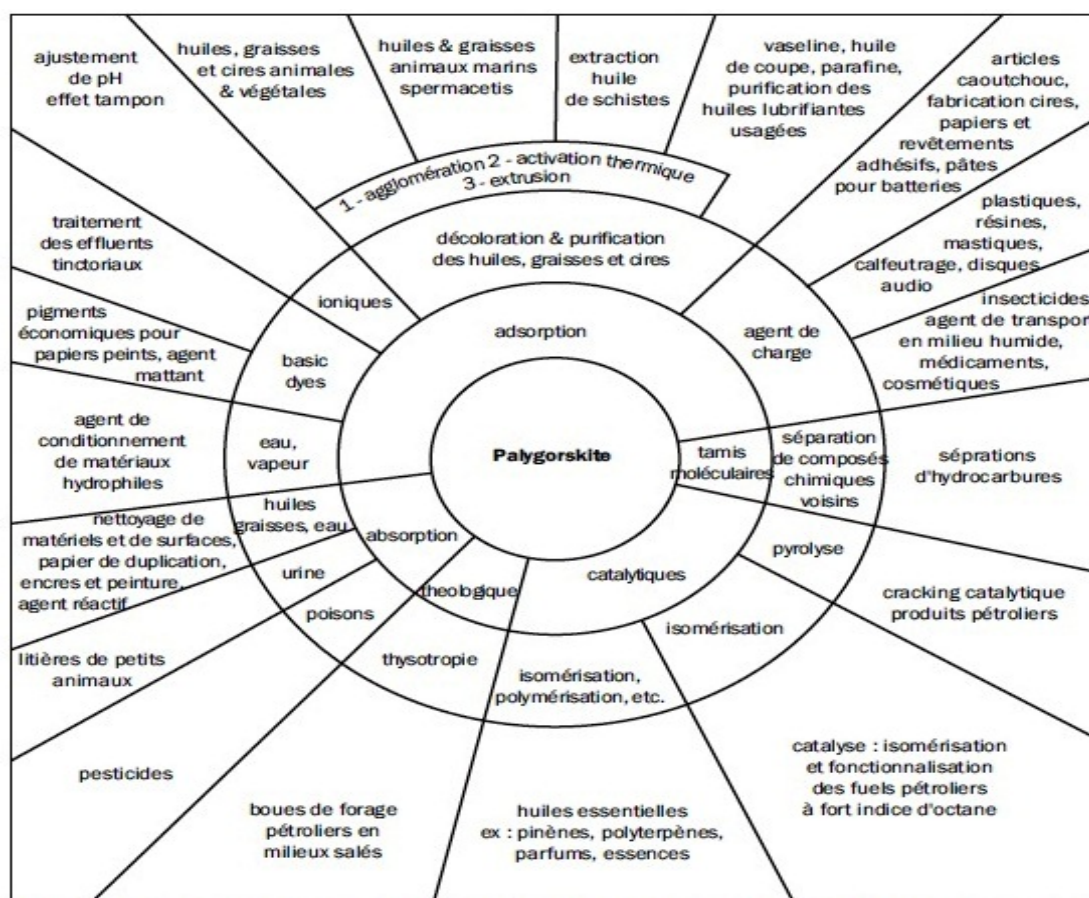


Tableau des utilisations de la palygorskite, adapté d'après RHS Robertson 1957, non réactualisé

VI.1.2. Aptitudes des argiles d'âge miocène moyen dans le domaine d'adsorption

La caractérisation minéralogique et physico-chimique des formations argileuses brutes de la région de Biskra a montré que celles-ci sont très riches en fraction fine, dont le minéral argileux le plus abondant est la palygorskite, pour les argiles éocènes et la beidellite, pour les formations argileuses miocènes, avec des propriétés physicochimiques très encourageantes pour leur valorisation dans le domaine de l'adsorption.

VI.1.2.1. Principe du déroulement des essais

Pour les essais d'adsorption, une solution mère a été préparée à partir du nitrate de cuivre hydratée ($\text{CuNO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) à une concentration de 50 mg/l. Les concentrations de cuivre adsorbées ont été déterminées par un spectromètre d'absorption atomique, de Marque Analytik Jena-AG, et de type Nov-AA. 300, utilisant une cathode de cuivre avec $\lambda=324,8$ nm, au département de Géologie-ULg. Le principe du déroulement des essais a été effectué par la mise en contact d'une quantité d'argile brute (pour les deux cas : le premier essai sur la beidellite et le deuxième sur la palygorskite), avec la solution mère du cuivre à concentration de 50 mg/l avec la prise en considération de l'influence de plusieurs paramètres (pH, temps de contact et quantité d'argile). Le dosage du cuivre résiduel a été déterminé après agitation et filtration sous vide avec une membrane de $45\mu\text{m}$.

❖ Effet du pH

Afin de choisir les conditions optimales pour le déroulement des essais et le suivi de la cinétique d'adsorption, on a procédé à la détermination de l'intervalle idéal du pH où se déroulera le phénomène de fixation du cuivre sur l'argile en éliminant le phénomène de précipitation du cuivre sous forme d'hydroxyde de cuivre $\text{Cu}(\text{OH})_2$ d'une part et le phénomène où il n'y aura que la fixation des ions H^+ au lieu des ions Cu^{2+} par l'argile. Pour cela on a dosé le cuivre résiduel sans et avec contact avec l'argile à des valeurs de pH croissants allant de 2 à 10.

Les résultats obtenus (**Fig. 80**) montrent que la précipitation du cuivre débute à un pH supérieur à 4 et atteint son maximum à un pH = 10, alors que la fixation du cuivre par l'argile commence à un pH > 2 (**Figs. 81 et 82**). La combinaison des résultats des deux essais nous a permis de retenir la valeur d'un pH = 4 comme valeur idéale pour les essais d'adsorption.

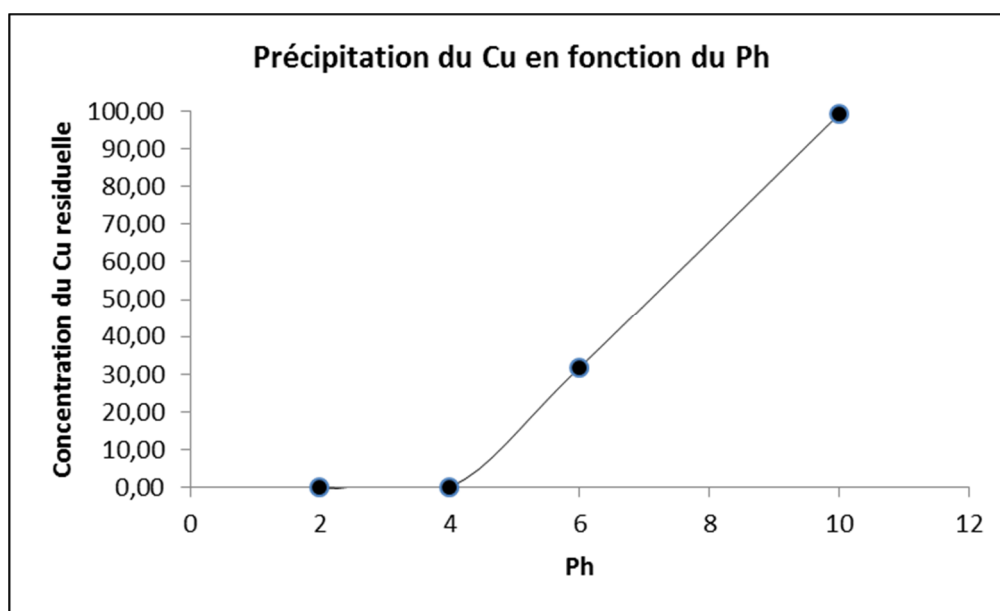


Fig. 80. Précipitation du cuivre en fonction du pH

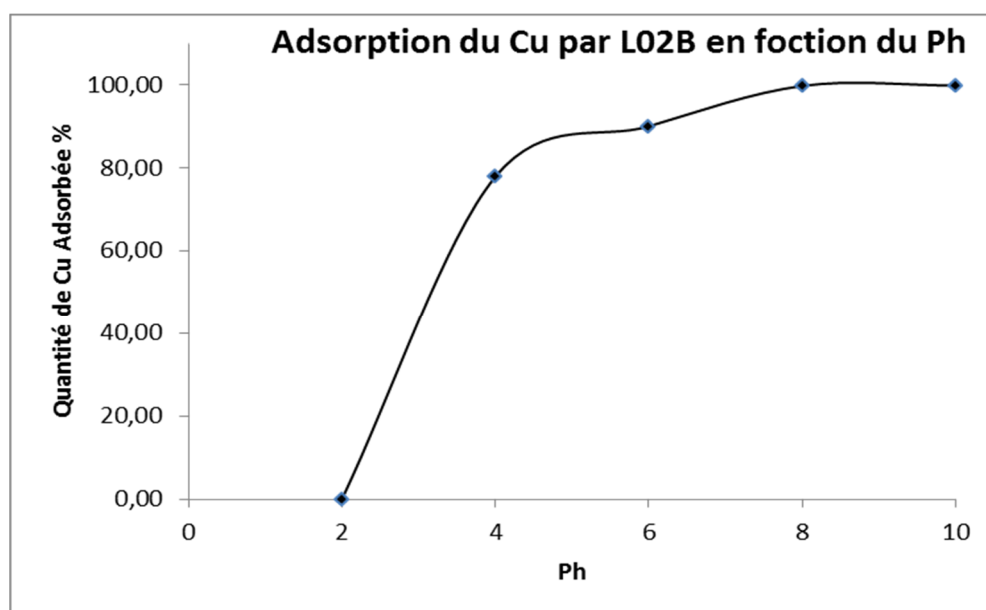


Fig. 81. Adsorption du cuivre par la beidellite en fonction du pH

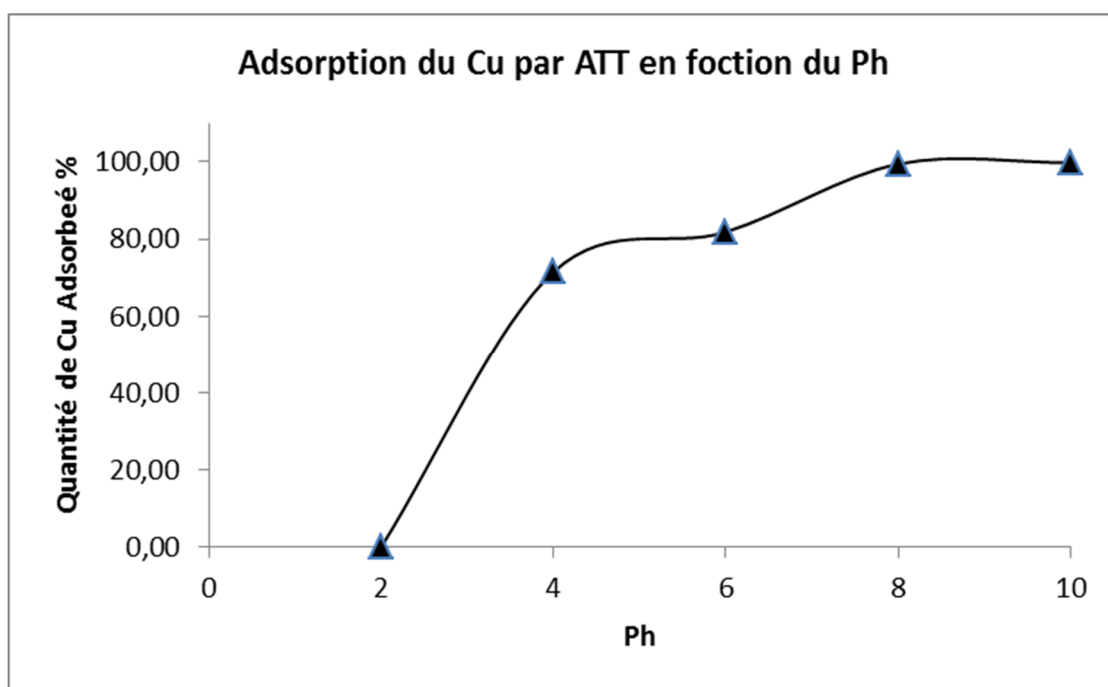


Fig.82. Adsorption du cuivre par la palygorskite en fonction du pH

❖ Effet du temps de contact

Pour connaître le temps de contact optimal et son influence sur l'adsorption du cuivre sur l'argile, on a mis en contact 200 mg d'argile avec 50 ml d'une solution mère, dont la concentration initiale est de 50 mg/l de nitrate de cuivre ($\text{CuNO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) et sous agitation pendant des intervalles de temps croissant (5', 15', 30', 45', 60', 75', 90', 105', 120' et 180') à un pH initial de 4. Les résultats obtenus (**Figs. 83, 84**) montrent que la cinétique d'adsorption était très rapide pour le cas de la beidellite et le maximum de cuivre fixé est atteint dès les cinq (05) premières minutes - temps qui est pris comme référence pour le reste des essais-

Tandis que la cinétique d'adsorption était un peu longue dans le cas de la palygorskite et dont le maximum de cuivre fixé est atteint dès la 75^{ème} minute ; temps qui est pris comme référence pour le reste des essais dans ce dernier cas.

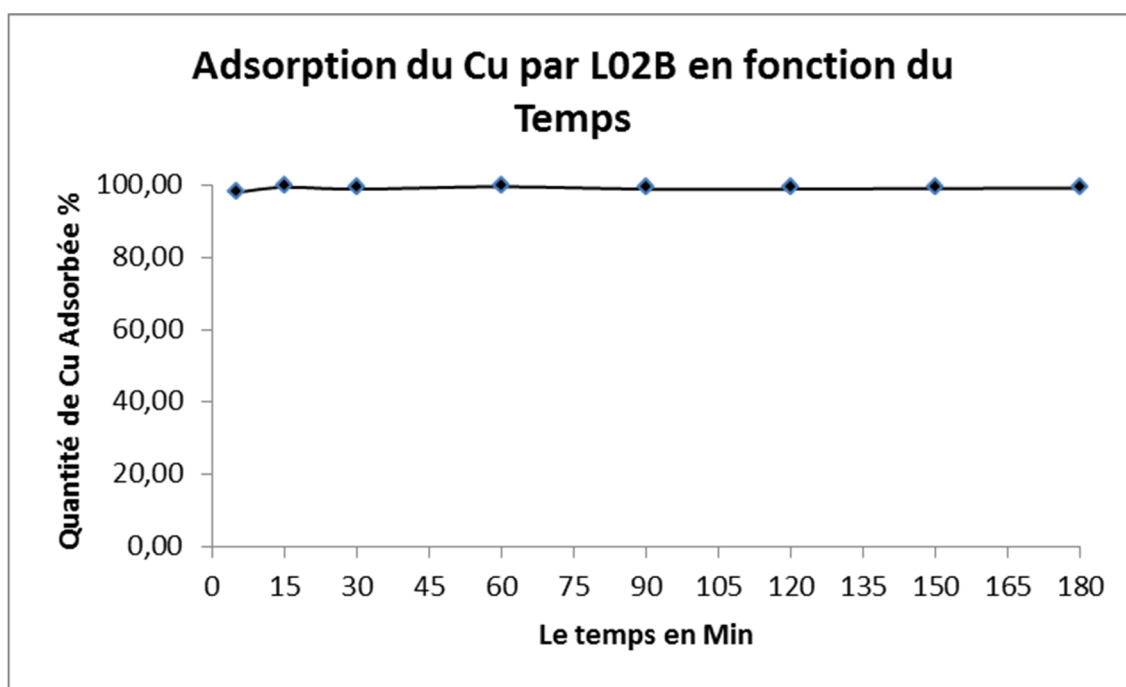


Fig.83. Adsorption du cuivre par la beidellite en fonction du temps.

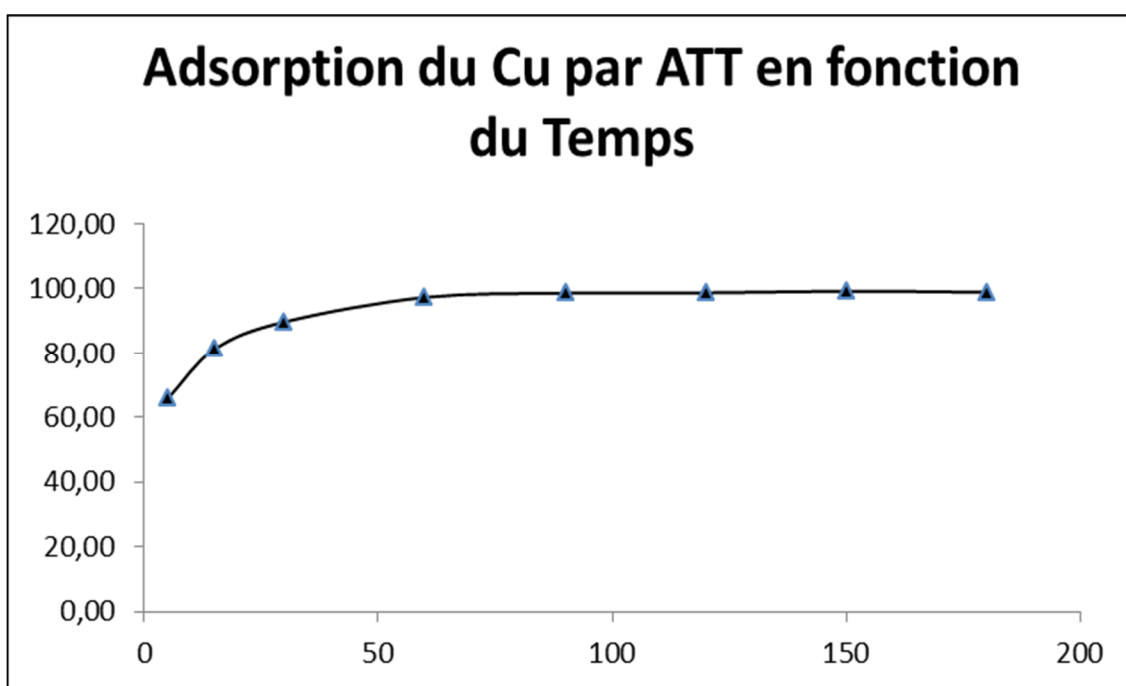


Fig.84. Adsorption du cuivre par la palygorskite en fonction du temps.

❖ Effet de la quantité d'argile

Pour voir l'influence de la quantité d'argile sur le phénomène d'adsorption, on a mis en contact et sous agitation, 50 ml de la solution mère avec une concentration fixe de 50 mg/l de ($\text{CuNO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) avec des quantités variables des deux types d'argile (10, 25, 50, 75 et 100

mg) à pH = 4 à un temps de contact fixe de cinq (05) minutes pour le cas de la beidellite et soixante quinze (75) minutes pour le cas de la palygorskite. Le résultat obtenu (**Figs.85 et 86**) révèle que le rendement d'adsorption est proportionnel à la quantité d'argile.

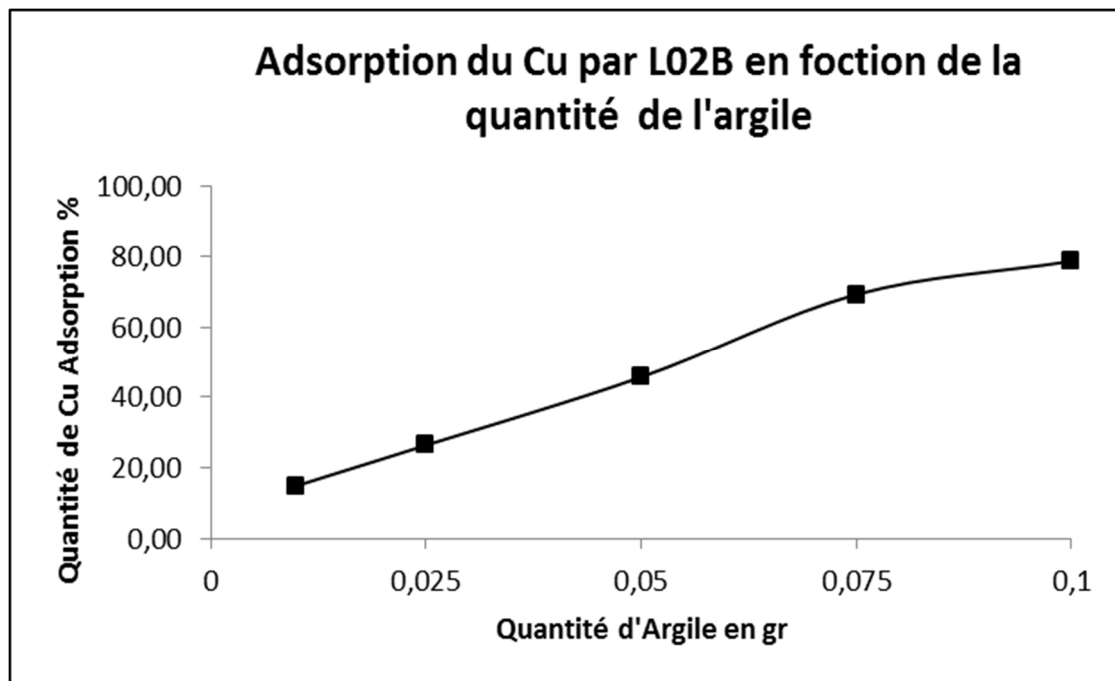


Fig.85. Adsorption du cuivre en fonction de la quantité de la beidellite

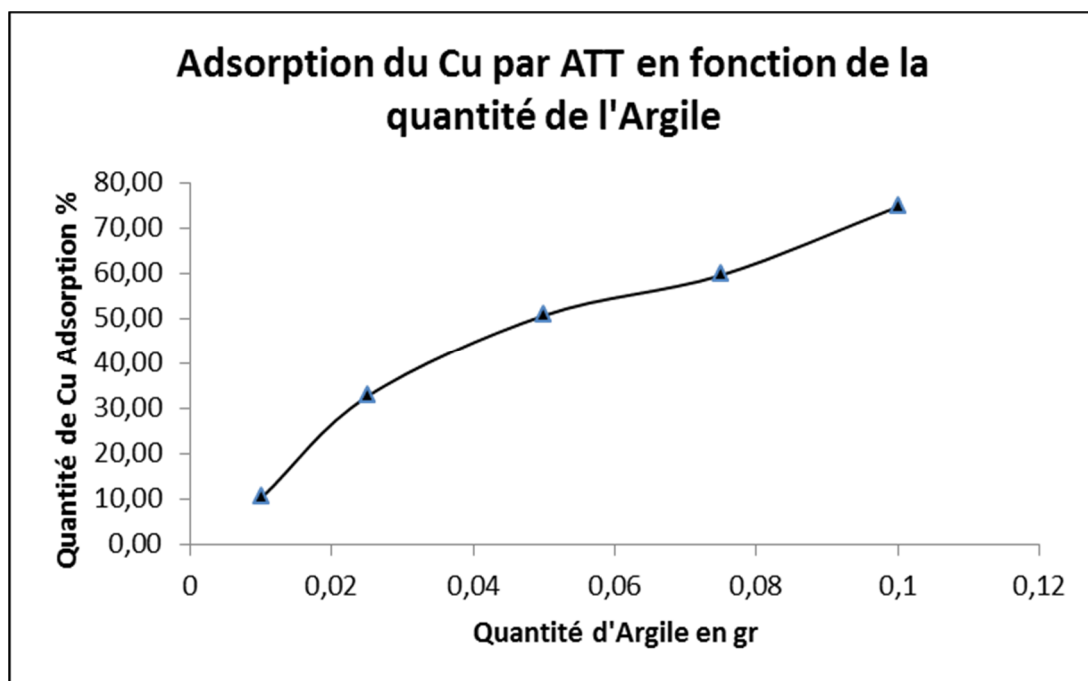


Fig.86. Adsorption du cuivre en fonction de la quantité de palygorskite

Conclusion

Les résultats des différents essais ont permis de retenir la valeur 4 pour le pH, comme valeur idéale pour les essais d'adsorption et que la cinétique d'adsorption était très rapide et le maximum de cuivre fixé sur l'argile est atteint dès les cinq (05) premières minutes dans le cas des beidellites et dès la 75^{ème} minute pour la palygorskite. Le rendement d'adsorption est proportionnel à la quantité d'argile, le temps de contact plus long dans le cas de la palygorskite est justifié par sa structure fibreuse.

Les essais d'adsorption du cuivre ont montré que la cinétique de fixation est très rapide et que ces argiles ont un pouvoir adsorbant très performant. En tenant compte du temps record de contact et la quantité très élevée de cuivre adsorbé, estimée à 11,3 mg pour 100 mg d'argile brute. Cependant en comparaison avec les travaux antérieurs effectués sur des argiles de type smectite (bentonite), un prétraitement, soit par activation ou par purification, est recommandé afin d'améliorer les capacités d'adsorption de cette argile brute, quant à la palygorskite caractérisée par des valeurs très importantes de la limite de liquidité (141) et de la limite de plasticité (106) est recommandée dans le domaine de l'absorption.

VI.1.3. Aptitude des argiles pour leur utilisation comme barrière argileuse dans les projets de CET :

VI.1.3.1. critères et exigences

L'utilisation des argiles dans les applications industrielles est tributaire de la connaissance de leurs propriétés physicochimiques et technologiques. Le respect des exigences technologiques reposent souvent sur la granulométrie, la composition chimique et/ou minéralogique et la quantité des impuretés présentes, (Khalfaoui et al., 2009; Strazzera et al., 1997). Ceux-ci ont une relation directe sur leurs propriétés physico-chimiques variées : gonflement, pouvoir absorbant et adsorbant, capacité d'échange cationique, faible perméabilité, forte plasticité ainsi que la capacité à former des suspensions colloïdales. C'est la sollicitation d'une ou de plusieurs de ces propriétés qui justifie l'emploi des argiles dans les nombreuses applications industrielles.

Les travaux menés par l'office wallon des déchets (2000) ayant pour objectif l'établissement d'un manuel relatif aux matières naturelles destinées à l'utilisation comme barrière argileuses ouvragées pour C.E.T. (centres d'enfouissement technique) et réhabilitation de dépotoirs en région wallonne ont aboutis que la recevabilité d'un matériau

pour qu'il soit utilisé dans ce domaine, il doit répondre aux exigences et critères liés essentiellement à la nature et l'ouvrabilité du matériau :

❖ **Nature du matériau**

- Granularité : > 15 % de passant à 2 μm , > 30 % de passant à 60 μm , moins de 10 % de refus à 10 mm, pas d'élément > 50 mm
- Fraction argileuse contenant plus de 10 % d'argiles gonflantes et $\text{CEC}/\% < 2\mu\text{m} > 0.3$
- Teneur en matières organiques M.O. < 15 % avec $\text{C/N} \leq 20$

❖ **Ouvrabilité**

- Limite de liquidité $W_L < 80\%$
- indice de plasticité $I_p > 10\%$ et $< 40\%$

❖ **Masse volumique**

- Comprise entre 0.9 OPN (OPN étant la masse volumique à l'optimum Proctor déterminée par les essais préliminaires ou la masse volumique définie suite à la planche d'essai teneur en eau comprise entre w_{opt} et $w_{opt} + 3\%$)

VI.1.3.2. Aptitude des argiles d'âge miocène moyen pour leur utilisation comme barrière argileuse dans les projets de CET :

Les différents essais effectués sur les formations argileuses d'âge miocène moyen ont montré que ce sont des formations très plastiques riches en fraction fine dont les caractéristiques minéralogiques, granulométriques et physicochimiques se résument comme suit :

- ❖ sont constitués (**Fig. 87**) de 52 à 72% de fraction fine (inférieur à 2 μm) représentée essentiellement de 46% à 53% de smectite, 6% à 29% de kaolinite, de 9% à 16% d'illite, de 9% à 16% de chlorite, accompagné parfois de la palygorskite et des interstratifiés "illite - smectite". Les minéraux non argileux présents sont du quartz (14% à 25%), de la calcite (9% à 17%), de la dolomite (2% à 7%) et du gypse (0% à 4%).

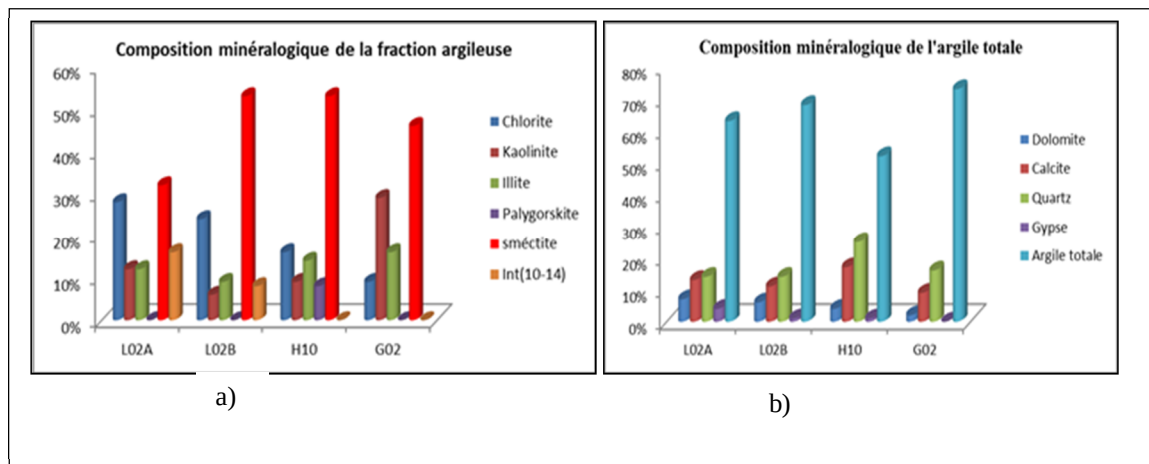


Fig.87 : Histogrammes de la composition minéralogique des formations argileuses d'âge miocène moyen ; a) Minéraux argileux; b) Argile totale

- ❖ Présentent une distribution granulométrique (**Fig. 88**) montrant que la fraction argileuse ($< 2 \mu\text{m}$) est de l'ordre de 17 à 30%, et celle comprise entre 2 et $63 \mu\text{m}$ est de 70 à 82% avec absence de la fraction $> 63 \mu\text{m}$.

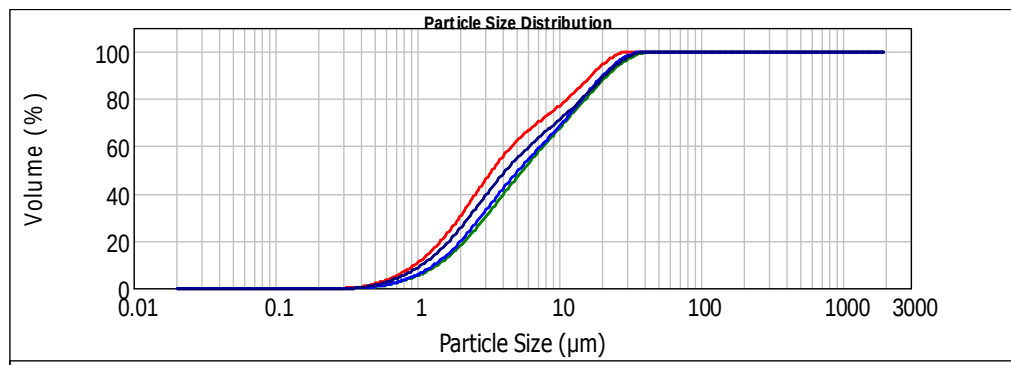


Fig. 88. Courbes granulométriques des différentes fractions argileuses

- ❖ Présentent des valeurs de capacité d'échange cationique (CEC) comprises entre 23, 63 et 29, 83, et des valeurs de la surface spécifique (SS) de l'ordre 142 à 182. (**Tab. 29**).

Tableau 29: valeurs de la capacité d'échange cationique et la surface spécifique

Échantillon	H10	G02	L02A	L02B
CEC	23,63	29,83	29,40	29 ,53
SS	142	182	181	181

- ❖ Présentent des limites d'Atterberg (**Tab. 30**) qui confirme les données de l'analyse granulométrique ainsi que les valeurs de la surface spécifique et par conséquent le classement de ces matériaux comme des argiles très plastiques.

Tab. 30. Les limites d'Atterberg

N° Ech.	Limite de liquidité (LW)	Limite de plasticité (LP)	Indice de plasticité(IP)
AM	67,6	38,79	28,81
GR4	64,1	33,77	30,33
H10	71	28,91	42,09
LY01	58,85	27,79	31,06
DJ03R	43,3	25,67	17,63

À la lumière de ces données et en comparaison avec les conditions d'utilisation des matériaux argileux comme barrières argileuses ouvragées pour les C.E.T. (Centres d'Enfouissement Technique) édictées par l'office wallon des déchets,(2000) on constate que les argiles du miocène moyen du bassin d'El Outaya répondent clairement à ces critères et exigences et par conséquent peuvent être utilisées dans ce domaine.

VI.1.4. Aptitude pour la fabrication des briques :

Généralités sur les matières premières

L'utilisation des ressources argileuses par l'homme, principalement dans la fabrication des matériaux de constructions et des poteries, date depuis l'antiquité.

Généralement les produits à base de matière argileuse se répartissent en deux branches de céramique, la céramique fine ou céramique traditionnelle et industrielle, qui regroupe les secteurs des carreaux pour sols et murs, des céramiques ornementales, sanitaires et techniques et la céramique grossière ou de construction qui comprend essentiellement les secteurs des briques et tuiles, désignés le plus souvent par le terme de terre cuite.

Le principe de fabrication de la céramique est fondé (El Ouahabi, 2013) sur la propriété que possède l'argile de former avec l'eau, dans des proportions adéquates, une pâte liante et ductile que l'on peut modeler et cuire afin d'obtenir sans déformation des produits finaux durs.

Les matières premières utilisées dans la fabrication des produits de terre cuite sont principalement :

- ✓ Les terres argileuses contenant une forte proportion d'argile qui leur donne l'aptitude au façonnage et leur assure des propriétés mécaniques adéquates après cuisson.

- ✓ Les dégraissants pour faciliter le façonnage en réduisant la plasticité de la pâte et maintenir la structure des produits façonnés.
- ✓ Les fondants pour réduire la température de fusion lors de la cuisson.

VI.1.4.1. Influence de la composition granulométrique

Les propriétés granulométriques des argiles (El Ouahabi, 2013) est d'une grande importance dans le processus de fabrication des terres cuites. Elles interviennent dans leurs aptitudes au façonnage, au séchage et à la cuisson et par conséquent dans la qualité du produit fini. Le tableau 31 présente la composition granulométrique idéale de la matière première et les limites recommandées pour une stabilisation adéquate et une obtention des produits finis de qualité acceptable.

Tab. 31. Seuils granulométriques optimaux des matériaux en céramique (Wetshondo Osomba, 2012)

Produits finis	Fractions granulométriques	Stabilisants (principaux)
Briques crues stabilisées	15% Argile et limon 30% Sable fin 30% Sable grossier 25% Gravier fin	Ciment (4-6% ou 8%)
	35% Argile 25% Sable fin 25% Sable grossier 15% Gravier fin	Chaux (5-8% ou 12%)
Briques cuites	40% Argile	-
Tuiles	40% Argile 70% Sable (0,2 - 0,5mm)	-
Céramique fine	Diamètre (d) < 50 µm	-

VI.1.4.2. Influence de la composition minéralogique

La composition minéralogique est le paramètre de base qui définit et contrôle les propriétés et le comportement des matières premières et par conséquent, elle a une influence directe sur la qualité du produit et son procédé de fabrication. Le **tableau 32** montre les principales conséquences liées à la minéralogie de l'argile (Kornmann, 2005).

Tab. 32. Les principales conséquences liées à la minéralogie de l'argile (Kornmann, 2005)

Minéral	Plasticité, cohésion, susceptibilité aux feuilletages	Difficulté de séchage	Cuisson
Kaolinite	Augmente la plasticité	Difficulté limitée	Rend plus réfractaire, élargit la zone de vitrification
Illite	Possède une bonne plasticité	Difficulté moyenne	agit comme flux grésant/fondant
Smectite Montmorillonite	Possède une très grande plasticité et grande cohésion	Grande Difficulté, retrait important et rétention capillaire	Améliore la compacité
Mica (muscovite)	Réduit la plasticité, favorise les feuilletages, effet dégraissant	Limitée	
Quartz	Réduit la plasticité et la cohésion, effet dégraissant et favorise les feuilletages	Limitée	Rend plus réfractaire, apport sensibilité au refroidissement (point de quartz)
Feldspath	Réduit la plasticité, effet dégraissant	Limitée	Agit comme flux grésant au-dessus de 1000°C
Carbonates	effet dégraissant	Limitée	Action sur la couleur, augmente la porosité
Oxyde de fer	Limitée	Limitée	Action sur la couleur, Agit comme flux grésant

VI.1.4.3. Influence de la composition chimique

La composition chimique des matériaux argileux qui est en étroite relation avec la composition minéralogique et granulométrique a une influence direct sur le processus de façonnage et la qualité du produit fini (El Ouahabi ,2013)par exemple - la craie en gros grains qui se transforme après cuisson en chaux vive; et en présence de l'humidité provoque l'éclatement du produit, les sulfates qui se cristallisent en surface déforment la surface des produits finis suite à l'échappement du gaz sulfurique (Sokolar et al., 2011). La présence de la matière organique qui brule pendant la cuisson, créant des vides et donnant des produits poreux avec des taches sombres. Le tableau 33, montre les limites tolérables des éléments chimiques et leurs conséquences sur la qualité du produit fini. (Kornmann, 2005).

Tab. 33. Limites admissibles d'utilisation des argiles en céramique (Kornmann, 2005)

Nature des éléments	Formulation	Tolérances (%)	Effets sur produits finis
Silice	SiO ₂	35 – 85	Réfractarité, contraction de la masse,...
Alumine	Al ₂ O ₃	9 – 45	Réfractarité, résistance mécanique, couleur blanche
Magnésie	MgO	0 – 5	Porosité
Chaux	CaO	0 – 25	Porosité
Oxyde de manganèse	MnO	-	Couleur noire
Oxyde de fer	Fe ₂ O ₃	0 – 10	Couleur rougeâtre ; fondant
Oxyde de titane	TiO ₂	0,3 – 2	Couleur jaune
Oxydes alcalins	Na ₂ O + K ₂ O	1 – 5	Fondants
Gaz carbonique	CO ₂	0 – 13	Volume
Anhydride sulfurique	SO ₃	0 – 4	Volume/Toxicité
Eau de combinaison	H ₂ O	5 – 11	Volume/Poids

Les résultats des différentes analyses effectuées permettent de répartir les échantillons selon quatre groupes. Le premier groupe comporte les argiles d'âge miocène moyen, qui sont constituées de plus de 50% de fraction fine ($< 2 \mu\text{m}$) à dominance de beidellite accompagnée essentiellement de kaolinite, d'illite, et de chlorite. Le second groupe représente les marnes d'âge miocène inférieur. Constituées de 40% de fraction fine, elles se caractérisent par la prépondérance de palygorskite liée d'illite, kaolinite, smectite et minéraux interstratifiés qui complètent l'assemblage argileux. Le troisième groupe représente les argiles marno-gréseuses d'âge miocène supérieur du synclinal de Rhassira dont la fraction fine est de l'ordre de 28% à 59% caractérisée par une prépondérance de la palygorskite accompagnée d'illite, de chlorite, de smectite et de kaolinite. Le dernier groupe se compose des formations de l'éocène moyen représentées par des marnes du synclinal d'El Kantara, avec seulement, 35% de fraction

argileuse, prédominée équitablement par la smectite et la palygorskite accompagnées de traces d'illite. La composition chimique confirme les données de la minéralogie. Pour le groupe 1, les teneurs en SiO_2 sont comprises entre 43 et 50%, Al_2O_3 12 et 18%, CaO 04 et 12% avec un rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de l'ordre de 3 à 3,5. Vu les teneurs très élevées en CaO, les autres groupes ont été classés comme des marnes et des argiles marneuses.

Sur la base de ces différents résultats de caractérisation et en comparaison avec les exigences technologiques qui définissent les créneaux de valorisation de la matière argileuse, les formations argileuses de couleur marron plus au moins gréseuses du groupe 1 (argiles d'âge miocène moyen sommital) affleurant sur la bordure Est du bassin d'El Outaya à proximité de la localité de Djammarah et Guedila. Ces formations sont caractérisées par l'abondance relative de la kaolinite et d'illite accompagnées de la smectite en comparaison avec les formations basales à dominance de smectite pourraient être valorisées dans le domaine de la poterie et la production de terres cuites. Pour cela on a fait appel au diagramme de Winkler basé sur la distribution granulométrique de la matière argileuse destinée à la confection des produits rouges (**Tab. 34**). Le diagramme de la **figure 89**, permet le classement de la matière première en fonction du type de brique correspondant.

Tab. 34. Distribution granulométrique des échantillons

Ech.	$\varnothing < 2,000 \mu\text{m}$	$2,00\mu\text{m} < \varnothing < 20,00\mu\text{m}$	$\varnothing > 20,000 \mu\text{m}$
K02C	10,736	63,608	25,656
K08B	12,289	47,17	40,541
G02	26,213	70,5	3,286
B01	23,173	73,179	3,648
H03B	18,704	72,888	8,408
AM	27,607	69,129	3,265
L10R	12,414	52,69	34,895
DJ03R	11,163	53,529	35,307
DJ01R	10,981	37,778	51,241
DJ02R	28,027	66,049	5,924
BR01R	20,963	62,31	16,727
B09R	22,633	74,148	3,219
LT	25,243	63,414	11,343
ATT03	4,643	65,48	29,877
G03	25,839	66,788	7,373
H10	17,72	69,835	12,444
L100	18,47	71,109	10,42
BANC	8,371	66,237	25,392
L02B	30,245	63,945	5,81

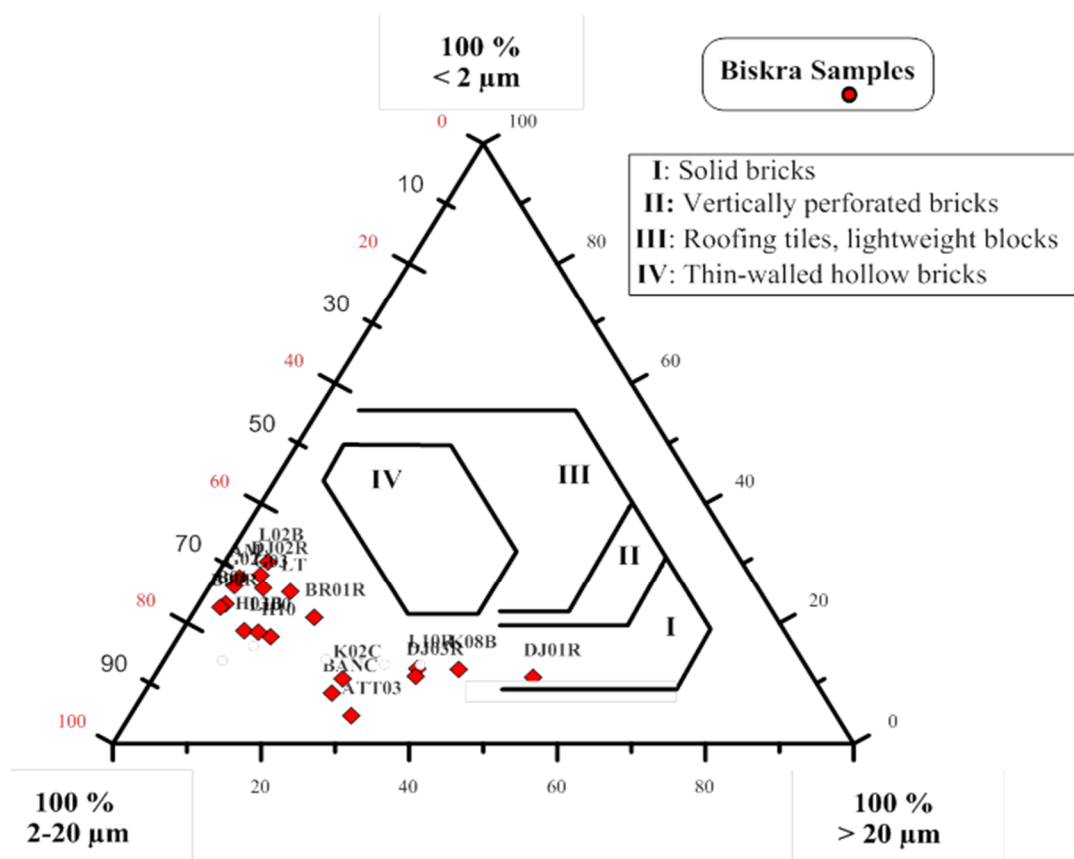


Fig. 89. Classification des échantillons selon le diagramme (Winkler, 1954); in (El Ouahabi, 2013)

L'essai de valorisation de ces argiles brutes dans le domaine des matériaux de construction, et surtout pour la fabrication des briques selon le diagramme de Winkler, et la comparaison de leur propriétés physicochimiques avec les normes internationales en la matière et notamment avec celles exigées par l'organisation internationale du travail en relation avec la matière première entrant dans la fabrication des briques de terres cuites (**Tab. 35**) a donné un résultat plus au moins acceptable pour la confection des briques pleines par les argiles gréseuses miocène affleurant en bordure Est du bassin d'El Outaya ; tandis que le résultat de leur aptitude dans la fabrication des briques creuses les plus commercialisées dans le marché algérien paraît négatif en raison de leur forte plasticité et par conséquent leur classification hors limites exigées, pour cela leur utilisation reste subordonnée à un traitement préalable par ajout d'un dégraissant (**Tab. 36**), qui a pour rôle de réduire la plasticité de la pâte, de limiter l'humidité de façonnage et le retrait au séchage et à la cuisson et leur donne une texture compact ce qui facilite l'évacuation d'eau pendant le séchage et les dégagements gazeux. En revanche, l'utilisation des dégraissants diminue la plasticité du mélange et réduit la compacité et les propriétés mécaniques après cuisson.

Tab.35. Plages des limites d'Atterberg exigées pour les briques de terre cuite (MBuyi, 2012)

Ech.	Limite de liquidité (WL)%	Limite de plasticité (PL)%	Indice de plasticité(IP)
Normes	30-35	12-22	7-18
Échantillons des différents sites d'études	34-141	19-106	16-67

Tab. 36. Effet des dégraissants sur les propriétés des produits en terre cuite (Mazen SAMARA, 2007)

%	Argile plastique 100 %	Argile 80 % Sable 20 %	Argile 70 % Sable 30 %
Humidité de façonnage	35	26	24
Retrait de séchage	8	7.2	6.7
Retrait après cuisson 900°C	0.8	0.3	0.3
Retrait après cuisson 1000°C	4.4	3	2.2
Porosité 900°C	8	8	8.2
Porosité 1000°C	2.6	4	5.9

VI.1.5. Essai de valorisation des marnes du synclinal d'El Kantara

Comme il a été déjà mentionné dans la partie caractérisation, les formations éocènes d'El Kantara sont très riches en calcite qui est considérée comme élément très nuisible en rendant ces formations sans valeur économique.

Pour valoriser ces marnes du synclinal d'El Kantara, on a suggéré une séparation des carbonates de la fraction argileuse, pour cela on a essayé la séparation granulométrique par tamisage, car l'élimination des carbonates par l'attaque à l'acide n'est pas rentable, vu le taux de calcite qui dépasse les 50%. Pour cela, on a procédé à une séparation granulométrique (1000, 600, 450, 300 et 250µm) par tamisage et passage de chaque fraction au diffractomètre (**Fig. 90**), en vue de quantifier l'abondance de la calcite par fraction. Le résultat s'est révélé négatif et la méthode n'est pas efficace, car les cristaux de la calcite ne sont pas bien cristallisés et sont intégrés dans l'armature de la roche.

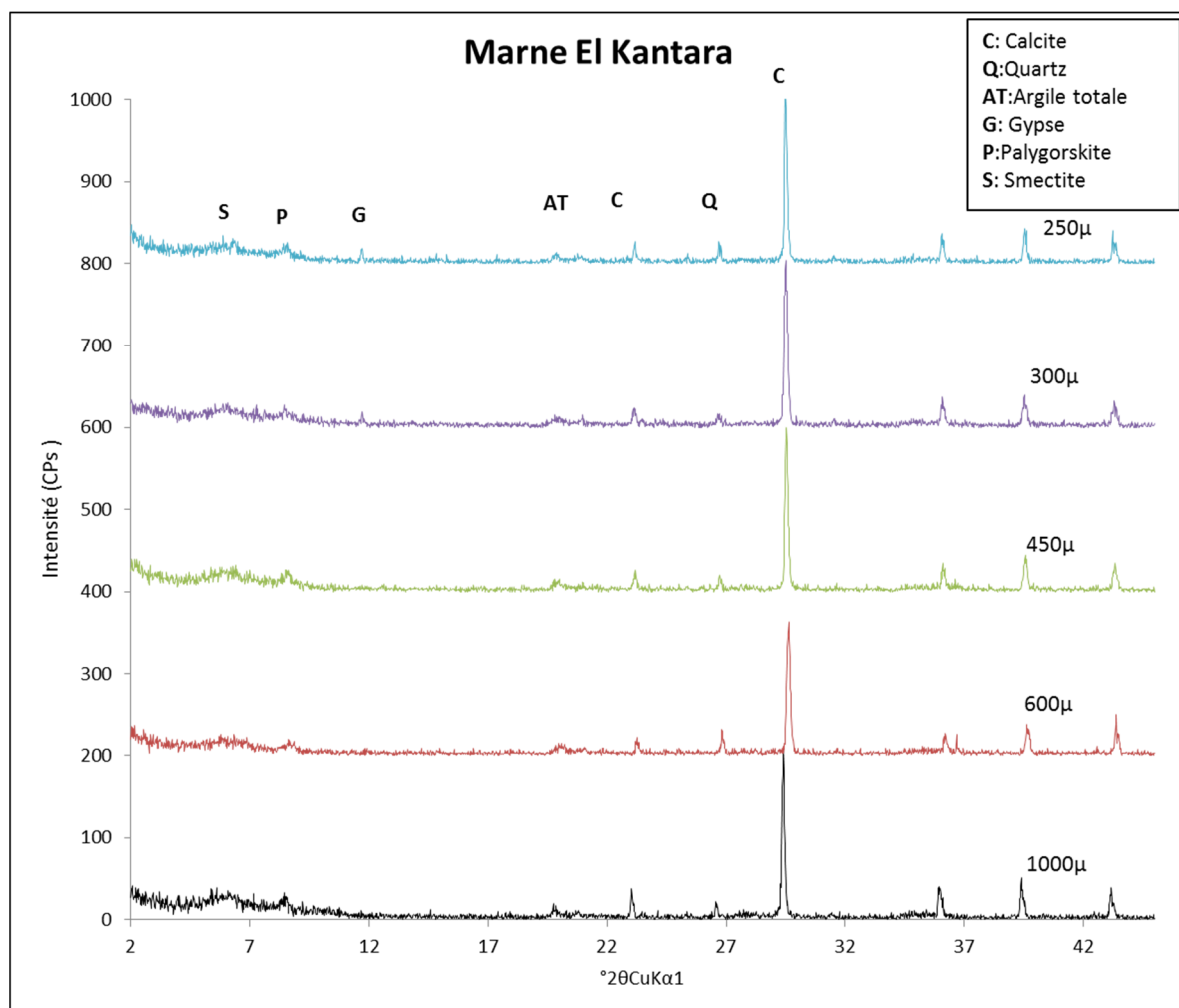


Fig.90. Diffractogrammes suivant les classes granulométriques des formations argileuses d'El Kantara.

Conclusion

Les essais d'adsorption du cuivre effectués sur les argiles du miocène moyen ont montré que la cinétique de fixation est très rapide et que ces argiles ont un pouvoir adsorbant très performant. Quant à la palygorskite caractérisée par des valeurs très importantes de la limite de liquidité (141) et de la limite de plasticité (106) est recommandée dans le domaine de l'absorption.

La comparaison des propriétés minéralogiques et physico chimiques des argiles du miocène moyen du bassin d'El Outaya, avec celles exigées pour l'utilisation des matériaux argileux, comme barrières argileuses ouvragées pour les centres d'enfouissement technique (C.E.T.) a révélé que ces dernières, répondent clairement à ces critères et exigences et par conséquent, peuvent être utilisées dans ce domaine.

L'essai de valorisation de ces argiles brutes dans le domaine des matériaux de construction, et surtout pour la fabrication des briques, selon le diagramme de Winkler, a donné un résultat plus au moins acceptable pour la confection des briques pleines pour les argiles gréseuses du miocène moyen sommital affleurant en bordure Est du bassin d'El Outaya. Tandis que le résultat de leur aptitude dans la fabrication des briques creuses, les plus commercialisées dans le marché algérien, paraît négatif en raison de leur forte plasticité. Par conséquent, leur utilisation reste subordonnée à un traitement préalable par ajout d'un dégraissant.

La valorisation des marnes du synclinal d'El Kantara par la séparation granulométrique a donné un résultat négatif car les cristaux de la calcite ne sont pas bien cristallisés et sont intégrés dans l'armature de la roche.

VI.2. Signification Paléogéographique

Les minéraux argileux sont omniprésents dans les roches sédimentaires. Ils sont les témoins de toutes les transformations subies par les roches au cours de leur formation : (Thorez, 2000), depuis l'érosion, sur un continent émergé, jusqu'au dépôt final dans des milieux de sédimentation.

Ils reflètent les variations paléogéographiques, paléoenvironnementales et paléoclimatologies syn- et post-sédimentaires, ainsi que toute transformation postérieure provoquée par le milieu de dépôt, l'enfouissement et les mouvements tectoniques.

Toute reconstitution et interprétations paléoenvironnementales des assemblages argileux doivent prendre en compte la nature des différents processus ayant généré la naissance des minéraux argileux dans leurs sites propres, avant leur livraison et accumulation dans les bassins sédimentaires.

Il y a lieu de signaler (Thorez, 2000), comme il existe des minéraux argileux considérés comme étant de bons traceurs paléogéographiques, à l'exemple des palygorskites, sépiolites et des smectites même en cas de mélange avec d'autres minéraux argileux, peuvent néanmoins être précisées, grâce au recours à des traitements complémentaires, notamment des saturations cationiques (Li, Mg, K) (Thorez, 2000). On trouve de nombreux minéraux argileux très abondants mais qui ne permettent pas de reconstituer les conditions précises de leur genèse et par conséquent ne peuvent pas être qualifiés comme des marqueurs de sources dans les reconstitutions paléogéographiques et paléo- climatiques (Thorez, 2000). À l'instar de l'illite, kaolinite et chlorite, dont les lieux d'occurrence et les conditions de genèse sont trop variés.

VI.2.1. Genèse des minéraux argileux

Quel que soit leur nature et leur type, les minéraux argileux résultent soit de l'altération physique (désagrégation d'une roche préexistante), soit de l'altération chimique (minéraux secondaires). Dans ce dernier cas, ils sont formés par transformation d'un minéral préexistant et on obtient des minéraux argileux transformés, ou par précipitation à partir d'une solution et on parle dans ce cas de minéraux argileux néoformés.

Sur cette base (Millot, 1964; Caillère et *al.*, 1982) ; Thorez (2003) et Fagel, (2015) ont proposé trois (03) origines possibles pour les minéraux argileux : par héritage, par transformation ou par néogenèse.

❖ L'héritage

Les minéraux de ce groupe sont les minéraux résultant de la destruction mécanique ou physique des roches. Ils peuvent soit restés sur place (argiles résiduelles), soit être transportés sur de longues distances par l'eau ou par le vent, et déposés dans les fonds marins ou les bassins lacustres. Au cours de leur transport, ces minéraux restent intacts ou ne subissent que de légères modifications de structure et de composition. Ils sont le plus souvent considérés comme des indicateurs de paléoclimat.

Exemples :

La kaolinite indique :

- un climat chaud et humide.
- l'hydrolyse est poussée
- le milieu est drainé

Les smectites indiquent :

- un climat chaud et humide.
- l'hydrolyse est poussée
- le milieu est confiné

❖ La transformation

Ce groupe est représenté par les minéraux argileux préexistants et qui peuvent évoluer pour être en équilibre avec le nouveau milieu. Ils subissent des transformations qui peuvent être très importantes et qui les font passer d'un type minéralogique à un autre. Deux cas peuvent se présenter :

- a) transformation par dégradation : soustraction de certains éléments (ions) ;
- b) transformation par aggradation : fixation d'ions supplémentaires.

Il y a lieu de signaler que ces deux phénomènes peuvent se dérouler sur place, au cours du transport ou pendant la diagenèse.

❖ Néogenèse ou néoformation

Les minéraux argileux, dans ce cas, sont formés par précipitation d'ions en solution : tel que (Si, Al, Mg, K,...) susceptibles de réagir entre eux quand ils sont mis en contact par diffusion ou mélange. Les composés ainsi formés sont stables dans les conditions physico-chimiques du milieu où ils ont pris naissance.

Exemple :

- *) Néoformation de glauconie (illite ferrifère) dans les vases littorales.
- *) Néoformation des argiles rouges des grands fonds marins (smectites ferrifères) provenant de la vase calcaire et siliceuse et des cendres volcaniques.
- *) Néoformation des minéraux argileux fibreux dans des milieux alcalins confinés.

VI.2.2. Processus d'altération de la roche source

Les minéraux argileux résultent soit de l'altération physique et/ou chimique d'une roche préexistante. En effet la destruction des roches constitue la source principale des minéraux sédimentaires.

Ce phénomène intéresse aussi bien les roches magmatiques que les roches métamorphiques et sédimentaires. Les actions purement mécaniques des agents d'érosion produisent des fragments qui sont à l'origine des roches détritiques (surtout argile d'héritage).

Les phénomènes chimiques donnent des solutions de lessivage qui sont les sources des minéraux néoformés.

VI.2.2.1. Les processus physiques

Ces processus englobent l'effet de tous les agents physiques qui entraînent la destruction et la fragmentation des roches dont les plus importants, sont, le vent, l'eau, les variations de la température, le gel et le dégel, les craquelures produites par la cristallisation des sels, le broyage des fragments transportés par le vent et les rivières.

VI.2.2.2. Les processus chimiques

Ces processus très complexes aboutissent à la mise en solution partielle ou complète des constituants des minéraux de la roche mère.

Ces processus chimiques se manifestent sous forme de plusieurs actions dont le moteur essentiel est l'eau, Beauchamp, (2002), et qui sont contrôlés par différents facteurs :

- L'acidolyse qui se déroule dans les environnements de nature acide et riche en matière organique, et présence des complexes organo-minéraux.
- L'alcalinolyse qui se manifeste en environnement basique avec des solutions chargées en Ca ou Mg.

- La salinolyse qui se produit en environnements évaporitiques salins riches en sodium et potassium (Na, K) dans des conditions normales de pH.
- L'hydrolyse qui est considérée comme la principale réaction d'altération qui correspond à la destruction des roches par l'action chimique de l'eau. Dans ce cas un des ions positifs de la surface du cristal fixe un OH^- provenant de l'eau et dès lors passe en solution, tandis qu'un proton H^+ peut se placer sur le radical restant.

L'hydrolyse est totale lorsque le minéral est détruit en plus petits composés possibles (hydroxyde, ions) et elle est partielle lorsque la dégradation est incomplète.

VI.2.2.3. Les facteurs externes contrôlant l'hydrolyse

Le degré de l'altération (l'hydrolyse) dépend de la combinaison de plusieurs facteurs Beauchamp, (2005), (**Fig.91**) qui détermine la nature des minéraux argileux formés à savoir :

- ❖ **Le climat** qui contrôle le degré de l'hydrolyse. En effet, la distribution des sols est principalement zonale en fonction des précipitations annuelles et de la température.
 - ✓ En climat froid, l'altération physique domine, avec des sols peu évolués et peu épais. Les minéraux argileux sont essentiellement des minéraux primaires (illite et chlorite).
 - ✓ En climat tempéré et humide, la température est moyenne et les précipitations comprises entre 500 et 1000 mm/an favorisent une altération chimique très importante. Les minéraux secondaires sont de type 2 :1 ; vermiculite (climat tempéré) smectite (température plus élevée et contraste saisonnier plus important).
 - ✓ En climat froid et humide, le lessivage est très important, les sols résultant sont un horizon (A) constitué uniquement de la silice surmontant un horizon (B) argileux (illite, smectite et inter stratifiés).
 - ✓ En climat chaud et humide, l'hydrolyse étant plus active conduit à une kaolinisation.
- ❖ **La nature de la roche mère** qui contrôle d'une manière directe le pH et la composition ionique de la solution d'hydrolyse et par conséquent elle conditionne la séquence des minéraux argileux secondaires formés à l'exemple de la kaolinite qui

résulte de l'altération des roches acides (granite) et la smectite issue de l'altération des roches basiques (basalte).

- ❖ **Le relief** commande le degré de drainage et le confinement du milieu et par conséquent influe sur l'orientation du processus d'altération. Par exemple sur une pente, où le drainage et le lessivage sont bons se forme de la kaolinite, par contre dans une cuvette, où le milieu est confiné, c'est la formation de la smectite et la palygorskite qui est favorisée.

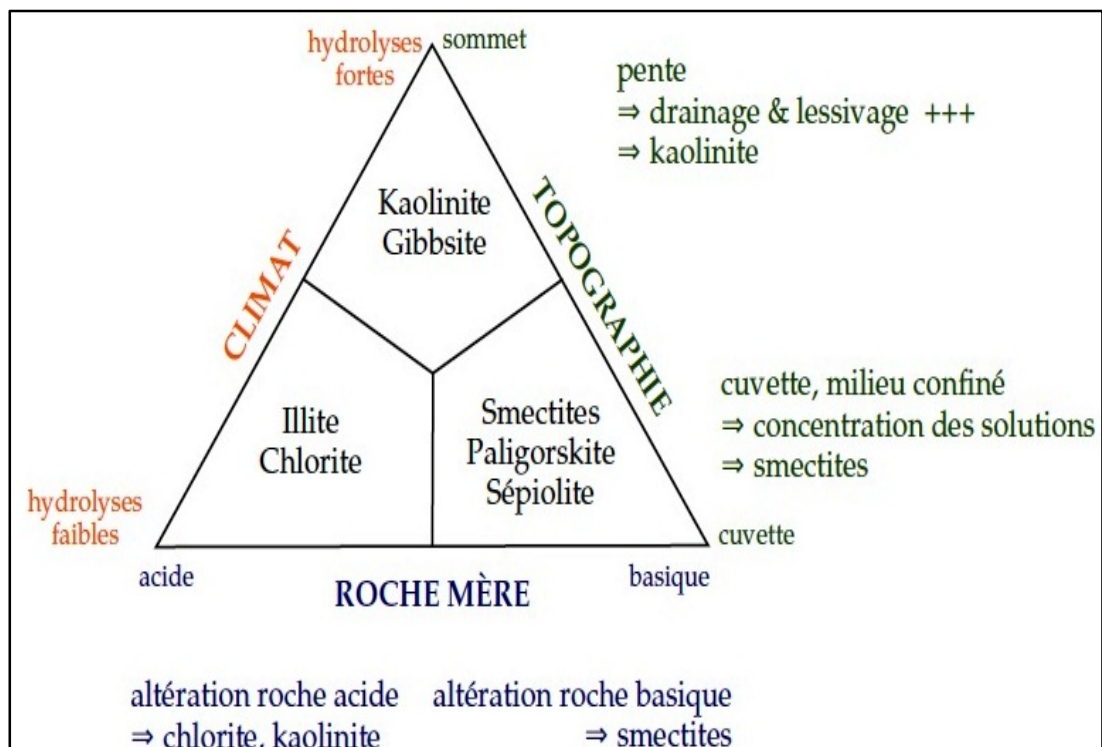


Fig.91. Principaux facteurs de l'altération : climat, roche-mère et topographie (Beauchamp, 2005)

VI.2.3. Origines et milieux d'occurrence des minéraux argileux paléo traceurs.

Les minéraux argileux font partie intégrante de l'environnement géologique dans lequel ils naissent (Thorez, 2000). En se référant sur des données de la littérature, il est possible de schématiser, pour les smectites, kaolinite, palygorskite et sépiolite la localisation des sites de leur genèse et d'accumulation « in situ » à la surface continentale, mais aussi en profondeur de la croûte terrestre et dans les bassins sédimentaires.

VI.2.3.1. origine de la kaolinite

Les minéraux de la famille de la kaolinite se forment essentiellement dans des milieux acides pauvres en cations (Millot, 1964). Leur genèse peut se réaliser soit dans les gites primaires sous formes résiduelle, soit après transport et dépôt en milieu sédimentaire (**Fig. 92**) Les minéraux de cette famille peuvent se rencontrer (Caillère, 1982) dans tous les sols pauvres en cations alcalins et alcalino-terreux, ayant subi un lessivage intense et dans les environnements sous climat humide suite à l'altération des roches acides riches en feldspath. Comme ces minéraux sont relativement résistants à l'action des agents chimiques, ils pourront être transportés sur des grandes distances pour rejoindre les bassins de sédimentation.

Les gisements de kaolin se rencontrent dans les dépôts continentaux et épicontinentaux mises en place, généralement, au cours de cycle transgression-régression. La sédimentation des minéraux argileux transportés sous forme colloïdale (BRGM, 1989) par les réseaux fluviale étant conditionnée par les alternances de saison, la dynamique au cours du transport mais surtout par les modifications de pH à la rencontre d'eaux salées, ce qui est en concordance avec la présence des plus grandes concentrations de kaolin dans les environnements deltaïques.

Dans nos sites d'étude, ce dernier mode de dépôt peut être applicable sur les concentrations de la kaolinite rencontrées seulement dans les formations de l'assise sommitale de Miocène moyen à supérieur du bassin d'El Outaya et dont l'abondance croît en direction de sa bordure Est, située près de la localité de Djammarah et Guedila limitant le facies continentale du miocène supérieur. À cet endroit, ces assises et surtout celles qui représentent la partie sommitale constituée d'argiles brunes, présentant des intercalations métriques des lentilles isolés de grés rouges, verdâtres à jaune-grisâtres, recoupés par des sondages de prospection réalisés par l'ENDMC,(2000) ce qui prouve l'instabilité du rivage et le changement du pH du milieu.

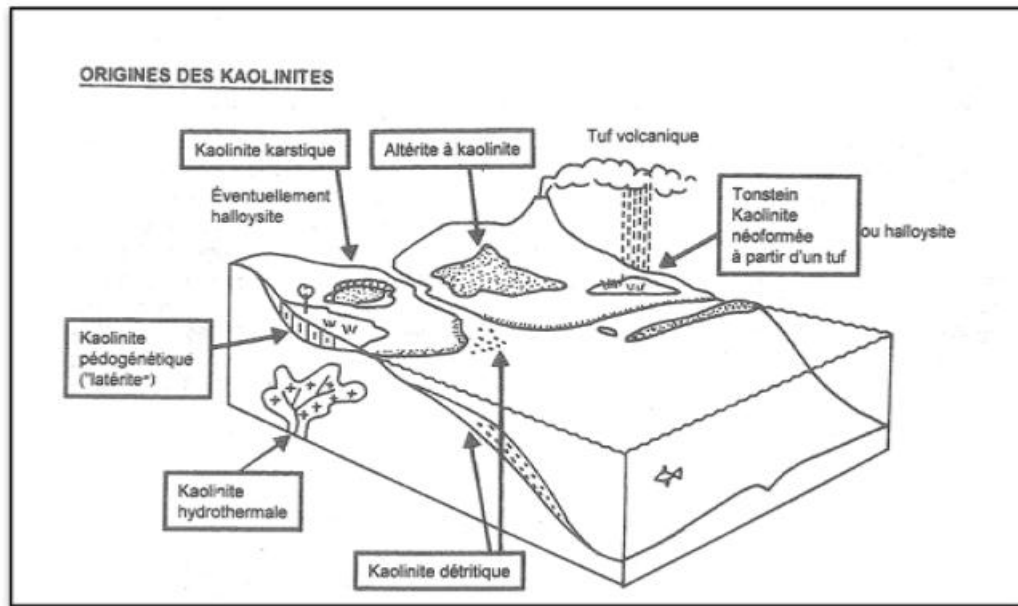


Fig. 92. Différentes origines des kaolinites (Thorez ,2003)

VI.2.3.2. Origine de la palygorskite

La palygorskite est considérée comme étant un minéral argileux issu du processus de la néoformation (Millot, 1964 ; Thorez, 2003), au cours de la sédimentation basique dans des eaux marines et lacustres, sous un climat aride et semi-aride, en excluant l'héritage à partir des sols et des roches préexistantes (**Fig. 93**).

Les différents travaux de recherches (Franc de Ferrière (1961) ; Muir (1951) et Yaalon, (1955) cités par Millot, (1964) ont confirmé que l'attapulgitite est instable en surface et par conséquent, elle ne peut être ni d'origine pédologique ni d'origine liée au remaniement des couches antérieures. La formation de la palygorskite ainsi que sa stabilité sont liées aux environnements alcalins riches en Mg et la réduction des activités des ions OH et Mg qui contribuent probablement à son instabilité, et par conséquent, Lee et al. (1983) confirment que sa transformation à des phases plus stables selon les nouvelles conditions des sols est fortement envisageable.

Les observations effectuées sur terrains ainsi que les résultats des différentes analyses effectuées (chimiques, minéralogiques) ont décelé que la palygorskite représente le minéral argileux le plus dominant des formations du Miocène inférieur (Hammam Sidi El Hadj), du Miocène supérieur (Baniane) et de l'Eocène moyen (El Kantara et Rhoufi). Elle est accompagnée des carbonates, qui caractérisent la précipitation chimique basique et des sulfates qui attestent que la sédimentation s'est déroulé dans un milieu lagunaire peu profond

et à forte salinité, en plus des faibles proportions du matériels détritiques qui témoigne de la stabilité tectonique et la faible érosion favorisant la sédimentation chimique.

Ceci nous amène à suggérer que cette palygorskite est issue du processus de la néoformation au cours de la sédimentation basique dans un milieu confiné en excluant l'héritage et la transformation à partir des sols et des roches préexistantes.

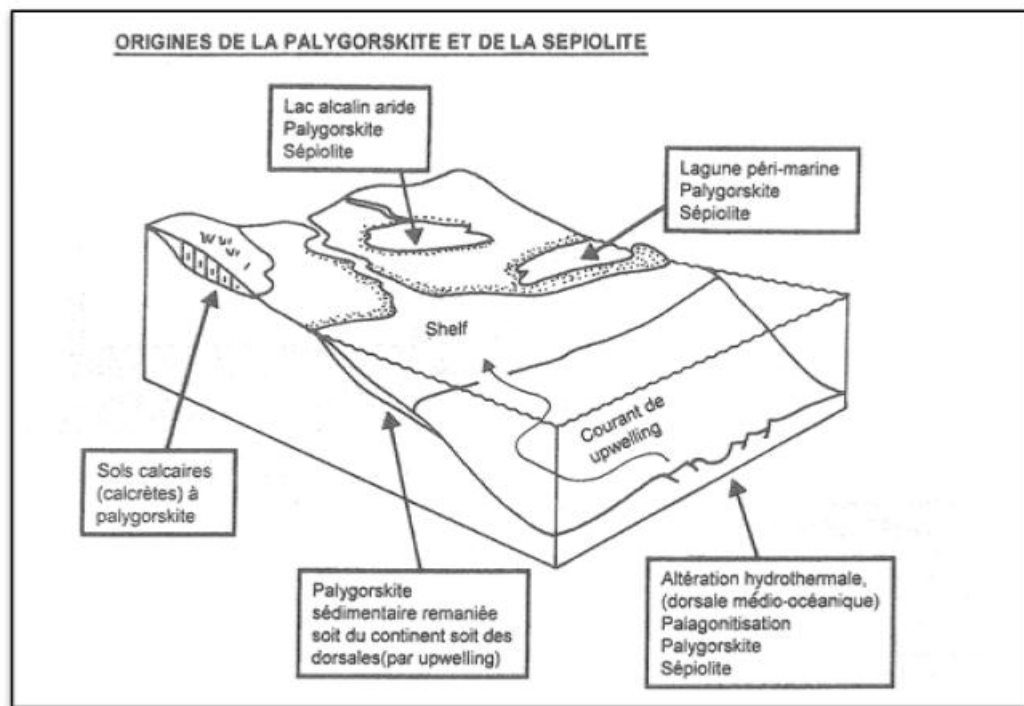


Fig.93. Origines possibles de la palygorskite et de la sépiolite (Thorez, 2003)

VI.2.3.3. Origine des smectites

Les minéraux argileux de la famille des smectites naissent principalement dans des environnements relativement riches en bases, particulièrement en magnésium et à des pH légèrement ou nettement alcalins avec un climat chaud à saison contrastés (Paquet, 1967).

Ils constituent essentiellement (Thorez, 2003), le produit d'altération hydrothermale des verres volcaniques, mais on trouve aussi les smectites sédimentaires héritées qui peuvent être soit, le produit des remaniements des minéraux argileux primaires autochtones (smectites), soit issues à partir du phénomène de transformation et de la néogénèse qui n'a rien avoir avec le matériels volcaniques ni avec l'hydrothermalisme (**Fig. 94**).

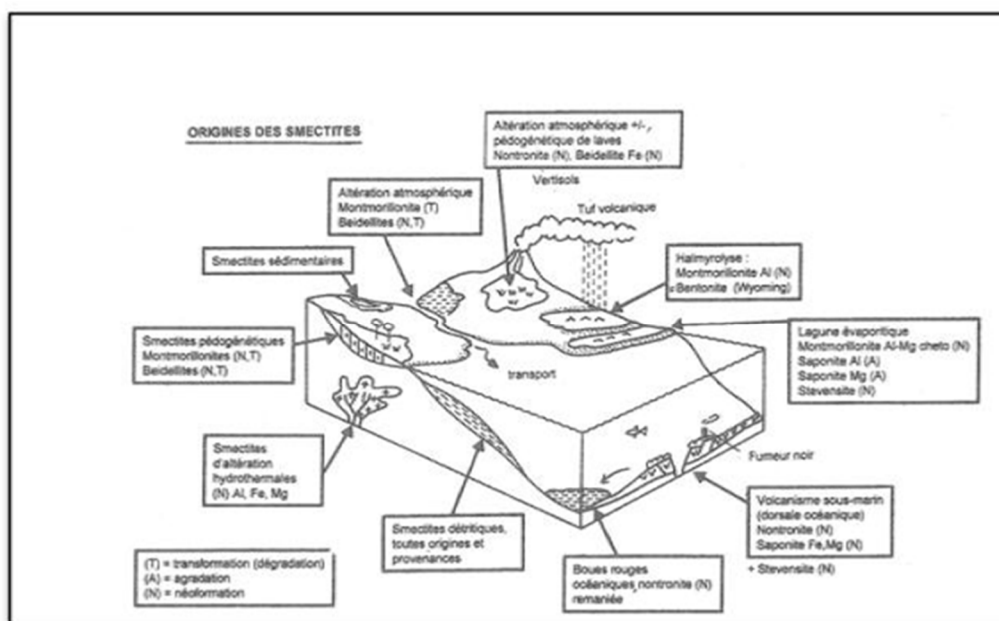


Fig.94. Différentes origines des smectites (Thorez, 2003).

Afin de différencier entre les smectites néoformées et les smectites transformées, des lames orientées ont été préparées et analysées selon la procédure de "K-saturation" (Thorez 2000 ; Fagel et al., 2003). L'analyse, la comparaison et le dépouillement des diffractogrammes, composés chacun de trois spectres (KN : lames saturée au KCl ; K 110°C : lames saturée au KCl chauffée à 110°C ; K 110°EG : lames saturées au KCl chauffées à 110°C et solvatées par l'éthylène glycol) a décelé (**Figs. 95, 96, 97 et 98**), que dans toutes les lames, les smectites ont perdu leurs pouvoir de gonfler, ce qui est traduit par la superposition de leur pic à 10Å dans les trois essais. Ceci nous amène à suggérer que ces smectites seraient des smectites transformées, en excluant l'origine de néoformation, (Fagel et al., (2003) ; Car seules, les smectites néoformées conservent leur capacité de gonfler lorsqu'elles sont soumises à des vapeurs de glycérol après chauffage.

Sachant que la palygorskite est souvent accompagnée de smectite (Millot, 1964 ; Caillère, 1982 ; Meunier, 2003), on suggère que la smectite étudiée est issue d'une transformation de la palygorskite relativement abondante dans la zone d'étude, une telle hypothèse est confirmée par plusieurs essais et études de recherche (Golden et al, 1985 ; 1990) où le phénomène de transformation est contrôlé par l'alcalinité du milieu, la température et la concentration du MgCO_3 (**Fig. 99**).

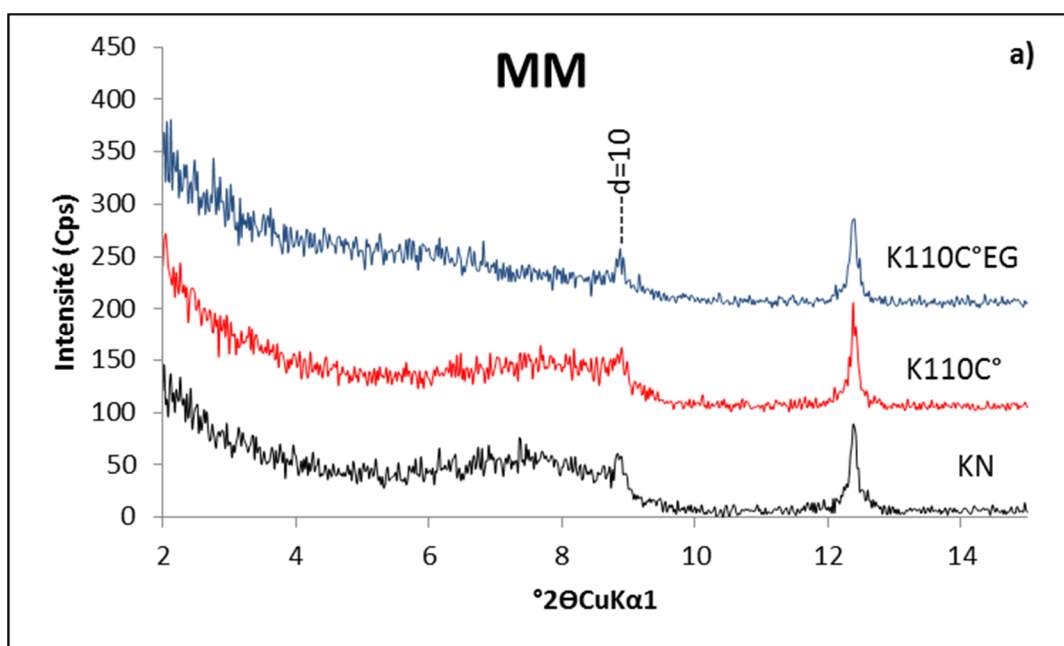


Fig.95. Diffractogrammes d'un échantillon d'argile d'âge miocène moyen (Bassin de Loutaya) préparé selon la procédure K- saturation.

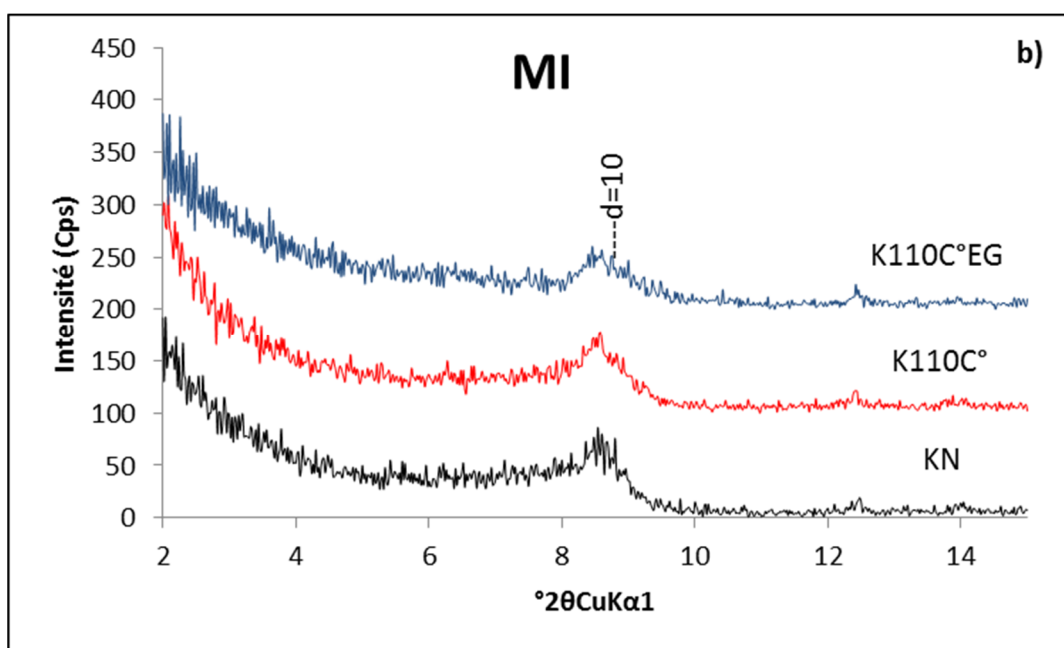


Fig.96. Diffractogrammes d'un échantillon d'âge miocène inférieur (Bassin de Loutaya) préparé selon la procédure K- saturation

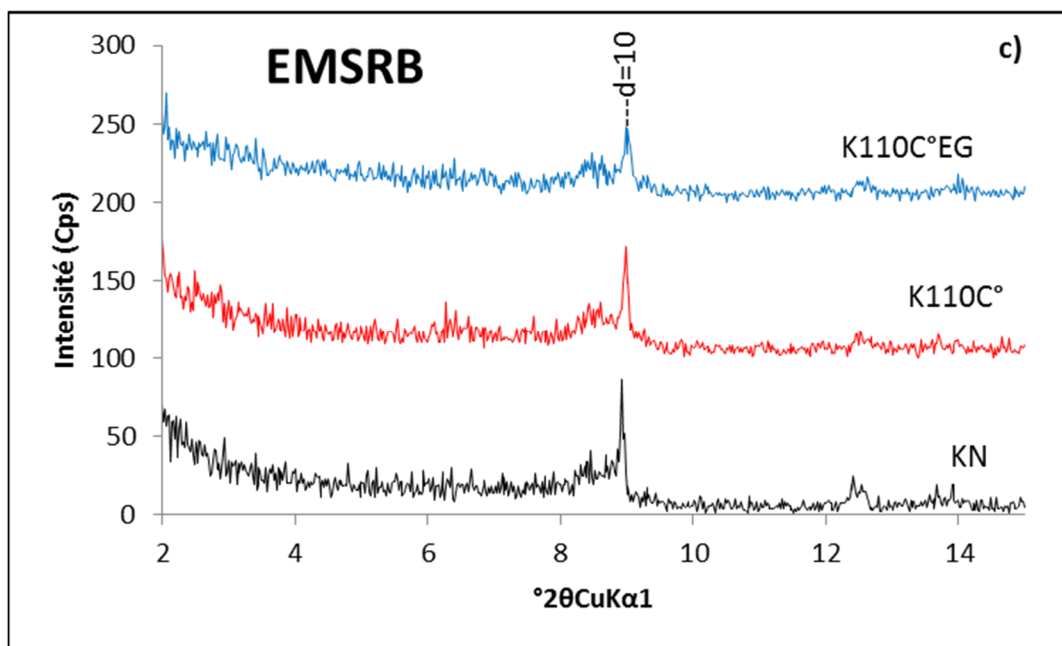


Fig.97. Diffractogrammes d'un échantillon d'âge miocène supérieur (Synclinal Rhassira) préparé selon la procédure K- saturation

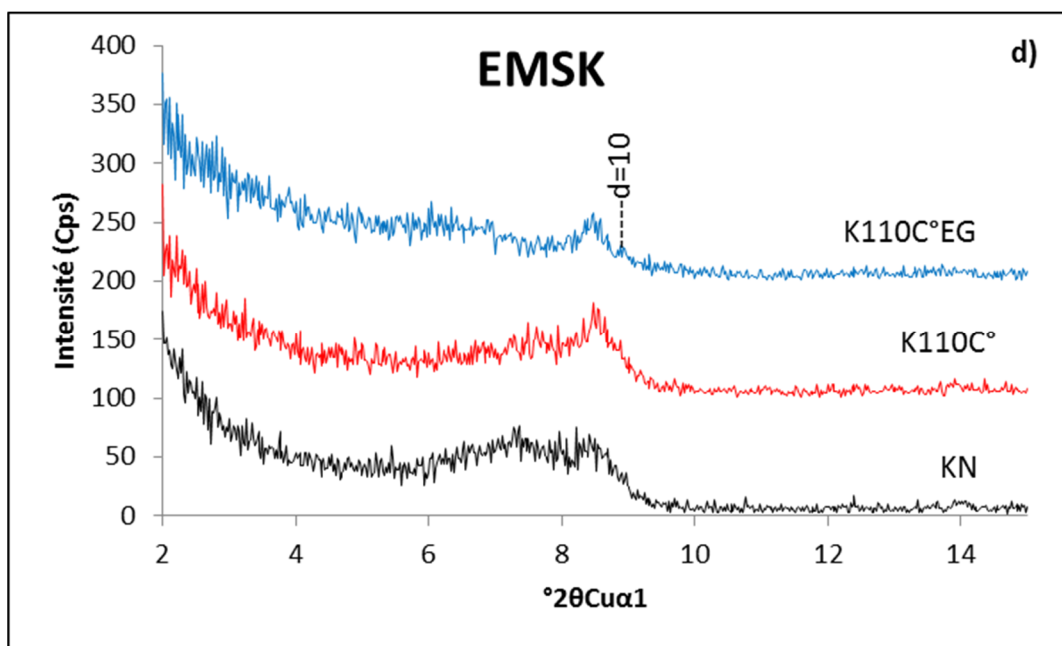


Fig.98. Diffractogrammes d'un échantillon d'âge éocène moyen (Synclinal El Kantara) préparé selon la procédure K- saturation

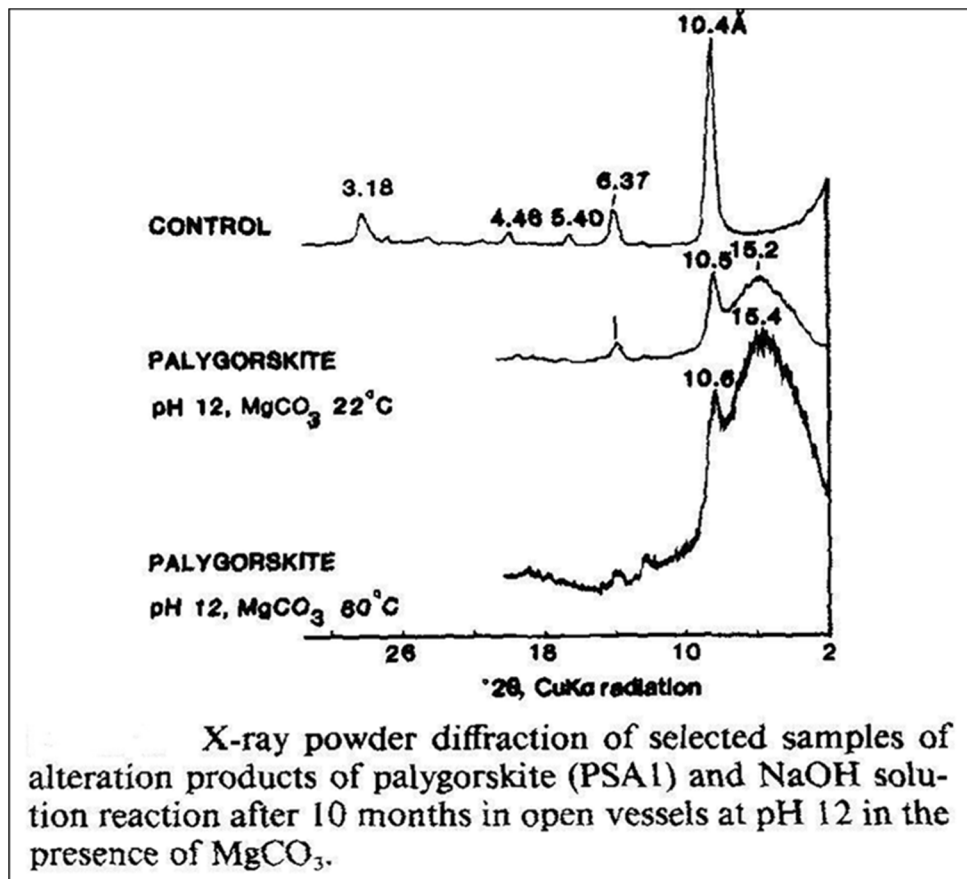


Fig.99. Transformation de la palygorskite en smectite (Golden, et al., 1985)

VI.2.3.4. Origine des minéraux argileux ubiquistes (illite, chlorite et interstratifiés)

L'illite et la chlorite sont souvent considérées (Milot, 1964) comme étant des minéraux argileux détritiques communs, hérités de nombreux types de sols et sédiments. Elles sont stables dans les environnements à altération surtout physique à action chimique discrète, dans les sols caractérisés par un faible drainage et diagenèse alcaline, et dans les milieux à eau alcaline au contraire sont instables dans les milieux acides, lessivés à altération chimique et à diagenèse acide, dans ce cas, elles évoluent par transformation de type aggradant ou dégradant. À ces deux minéraux simples, on ajoute les minéraux interstratifiés qui naissent au cours de la diagenèse et/ou, au cours de l'altération. Ce sont des minéraux qui représentent une phase de dégradation des minéraux le plus souvent à trois couches.

Dans les sites d'étude, ces trois minéraux sont omniprésents au niveau de toutes les formations argileuses où ils représentent des proportions très faibles et variables d'un site à l'autre. Leur abondance relative est remarquable dans les formations du Miocène moyen et supérieur, quant à leur origine, l'illite, dont la fréquence est connue dans les milieux

carbonatés qui sont capables d'assurer la néoformation de l'illite (Milot, 1964) ne sera que le résidu de dissolution des roches émergées du mésozoïque et cénozoïque, quant à la chlorite, caractérisée par une mauvaise cristallinité, peut être en partie considérée comme étant une fausse chlorite diagénétique (Milot, 1964), comme elle peut être transformée à partir de la beidellite dont la coexistence est en corrélation négative. Les traces d'interstratifiés, dont l'occurrence est très fréquente dans les milieux sédimentaires ont pris naissance suite au phénomène de la transformation des minéraux argileux, pendant la sédimentation et la diagenèse ; surtout pour la beidellites dans le cas des interstratifiés (10-14).

VI.2.4. Interprétations paléogéographiques

Les minéraux argileux sont omniprésents dans les roches sédimentaires. Ils sont les témoins de toutes les transformations subies par les roches au cours de leur formation : depuis l'érosion, sur un continent émergé, jusqu'au dépôt final dans un des microenvironnements fluvio-lacustres. En outre, les minéraux argileux reflètent les variations paléoclimatologiques syn.- et post-sédimentaires, ainsi que toute transformation postérieure, provoquée par le milieu de dépôt, l'enfouissement et les mouvements tectoniques.

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à la signature minéralogique des assemblages des minéraux argileux, contenus dans les formations argileuses étudiées et leur relation avec les différents milieux de dépôt.

VI.2.4.1. Eocène moyen (synclinal d'El Kantara)

Les différentes analyses effectuées sur les sédiments rouges du synclinal d'El Kantara attribués à l'Eocène moyen par Guiraud, (1975) et à l'Oligocène par Laffitte, (1939) ont montré que ce sont des marnes avec plus de 50% de calcite accompagnée de traces de dolomie, quartz et de gypse qui se présentent le plus souvent sous forme de filons centimétriques. La fraction argileuse qui représente environ 35% en moyenne de la roche totale est composée essentiellement de 28 à 77% de smectite, de 38 à 58% de palygorskite. Cette dernière devient très abondante (avec absence de la smectite) vers le flanc SE du synclinal. Le cortège argileux est complété par des proportions très faibles d'illite, chlorite et des traces de kaolinite et d'interstratifiés. Cet assemblage minéralogique, caractérise une sédimentation chimique, basique dans un milieu confiné à climat semi-aride (Laffitte, 1939) ; ce qui coïncide avec l'installation des lagunes préluant à l'émersion du massif de l'Aurès qui a été recouvert par une mer peu profonde du Paléocène-Eocène, l'absence du matériel

détritique prouve la stabilité tectonique au cours de cette période. Les poudingues lutétiens développés dans la région d'El Kantara indiquent, non seulement, l'approche d'un rivage mais d'un ravinement intense des régions émergées et par conséquent le début de l'orogénèse.

La différence entre l'assemblage des minéraux argileux du flanc NW et SE au niveau du lieu-dit Edarsa où la série marneuse rouge surmontant des bancs de grès rouges et dont la composition minéralogique est analogue à celle du miocène inférieur de la localité de Hammam Sidi El Hadj nous laisse suggérer l'attribution de cette formation du flanc SE du synclinal au miocène inférieur qui affleure juste au sud et au nord de ce point en justifiant ceci par la difficulté d'ajustement des limites des faciès qui se rassemblent sur terrain .

VI.2.4.2. Eocène moyen (synclinal de Rhassira-Rhoufi)

Les formations lutétiennes près de la localité de Rhoufi (Laffitte, 1939 ; ORGM, 2000), sont représentées par des assises formées de calcaires à la base, de marno-calcaires dans la partie médiane, de marnes gypseuses et gypse à la partie sommitale.

La couche d'attapulgite de Rhoufi, objet de cette étude, fait partie des formations constituant le cœur du synclinal de Rhassira. Elle est encaissée dans l'assise médiane marno calcaire du lutétien (**Fig. 100 et Fig. 101**) et se présente sous forme d'une couche lenticulaire subhorizontale (pendage de 2° à 5°NW). Elle est formée par une fraction argileuse de l'ordre de 86%, représentée totalement par la palygorskite, accompagnée de 06% à 18% de dolomite, de 03% à 7% de calcite et des traces de quartz. Les sondages effectués par ORGM (2000) au cours d'une campagne de prospection ont montré que cette couche devient marneuse en profondeur (**Tab. 37**).

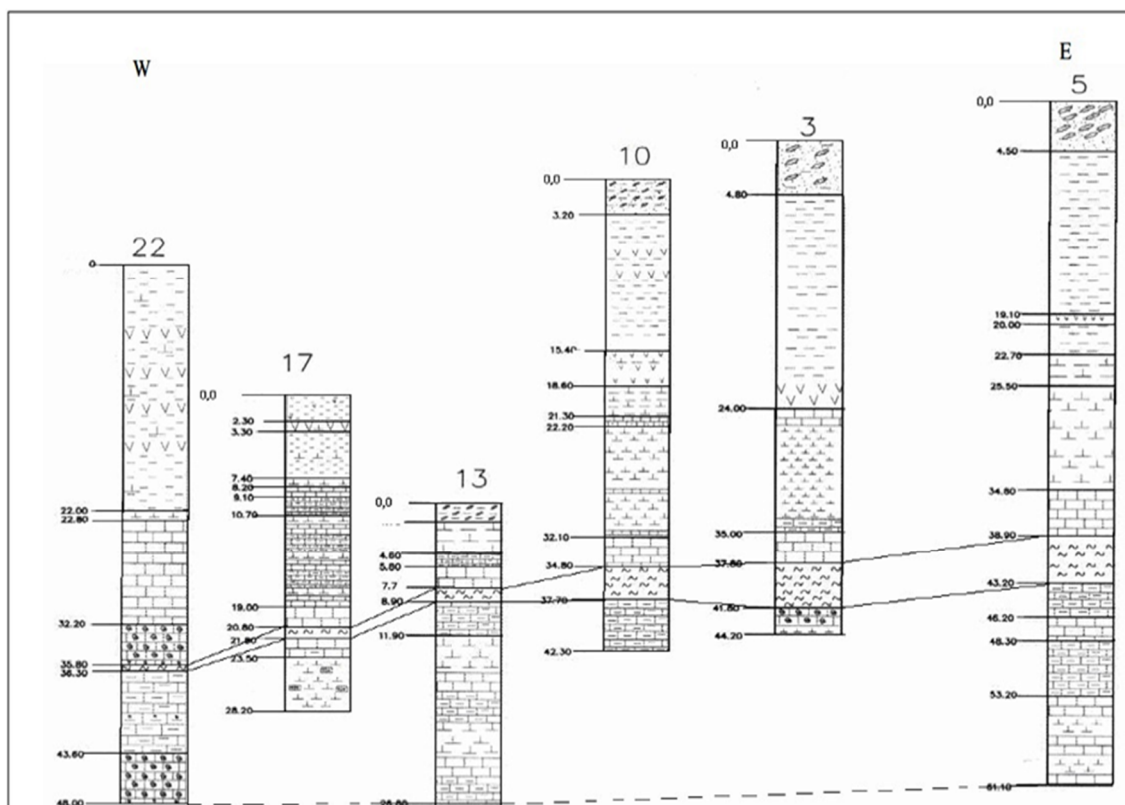


Fig.100. Variation lithologique des faciès suivant un profil W-E, secteur Rhoufi (ORGM,2000)

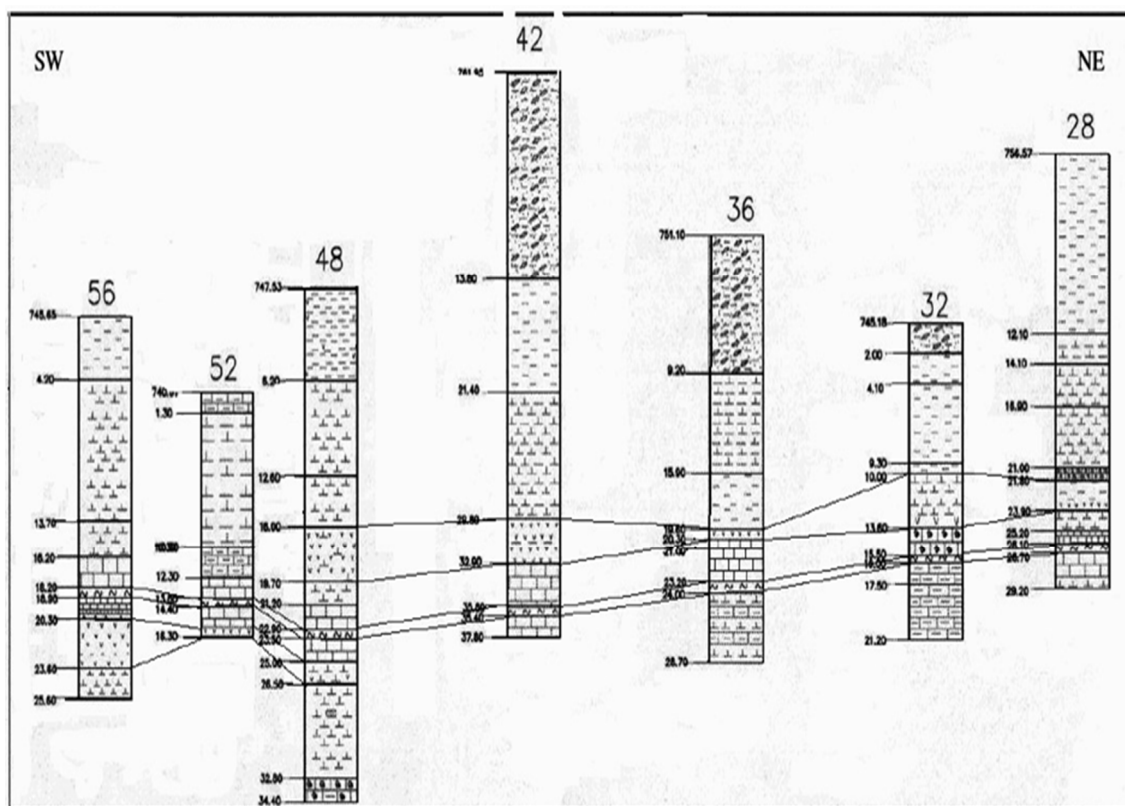


Fig.101. Variation lithologique des faciès suivant un profil SW-NE, secteur Rhoufi (ORGM, 2000)

Tab. 37. Données de sondages(synclinal de Rhassira -Rhoufi-)(ORGM,2000)

N° sondage	intervalle échantillonné		puissance de la couche de palygorskite (brute)	composition chimique (éléments majeurs)					
	DE	A		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Paf
S1	7,4	12,8	5,4	27,66	5,32	2,32	23,99	9,87	29,73
S2	29,5	34,6	5,1	23,20	4,54	2,05	26,81	8,67	32,98
S3	37,8	42,8	5	25,90	5,40	2,32	23,93	8,84	31,93
S4	21,1	24,4	3,3	28,64	4,59	3,15	25,28	8,27	28,78
S5	38,5	44,2	5,7	26,97	3,58	2,09	26,52	9,57	30,57
S6	9,7	14,1	4,4	24,21	4,27	2,10	28,00	8,73	32,09
S7	16,2	20,6	4,4	22,50	5,26	2,10	27,70	9,46	30,30
S8bis	19,1	26	6,9	22,50	5,21	1,87	25,61	7,74	33,06
S9	5,4	10,9	5,5	30,68	4,86	2,37	23,53	8,85	28,23
S10	34,8	38,7	3,9	24,93	4,78	4,17	26,17	8,92	30,12
S11	41,4	46,4	5	16,01	2,96	2,05	33,44	9,09	35,78
S12	26,5	32,4	5,9	16,11	2,64	1,61	33,23	9,24	36,17
S13	7,7	9,7	2	20,39	4,28	1,36	31,60	8,24	32,41
S14	19,8	20,9	1,1	17,17	2,44	1,19	35,77	6,47	35,03
S16	12,5	15	2,5	25,64	5,25	2,23	23,68	8,89	31,98
S17	20,8	24,5	3,7	15,52	1,66	1,39	35,22	7,99	35,42
S18	33,8	39,3	5,5	18,36	3,67	1,43	31,10	7,77	35,95
S20	37,5	38,3	0,8	18,04	3,39	1,41	34,76	5,52	35,70
S21	45,8	49,6	3,8	18,55	4,09	1,46	27,84	8,18	35,42
S22	35,8	37,3	1,5	16,42	2,95	1,09	36,54	5,58	34,51
S24	6,9	11,4	4,5	22,29	3,72	1,89	31,60	9,34	33,63
S25	18,4	20	1,6	16,79	1,98	1,47	36,61	6,16	35,78
Moyenne			3,98	21,75	3,95	1,96	29,50	8,24	32,98

A la lumière de cette succession lithologique, caractérisée par :

- l'importance de la puissance de la série sédimentaire chimique (marno-calcaire et attapulгите)
- l'encaissement de la couche d'attapulгите dans des formations carbonatées du Lutétien moyen qui représente une période de transition entre l'Eocène marin et continental;
- l'absence du matériel détritique au sein de la fraction argileuse ;
- l'association de cette argile à des minéraux de la précipitation chimique et basique (calcite, dolomite et gypse) ;
- l'enrichissement en carbonates en fonction de la profondeur ;
- la présence des intercalations évaporitiques et carbonatées.

On confirme ainsi que cette argile est une palygorskite, issue du processus de la néoformation au cours de la sédimentation chimique et basique dans un milieu laguno-lacustre, peu profond, sous un climat semi-aride à saisons contrastés et caractérisé par une stabilité tectonique qu'on intègre dans le contexte régional où les surrections importantes qui se sont manifestées au cours de l'Eocène moyen conduisaient à l'installation de conditions lagunaires précédant la régression complète et le retrait de la mer de cette région.

VI.2.4.3. Miocène inférieur

Les différentes analyses effectuées sur les échantillons des formations rouges aux environs de la localité de Hammam Sidi El Hadj, attribuées au miocène inférieur par Guiraud, (1975) et à l'Oligocène par Laffitte (1939) ont décelé que ce sont des marnes rouges plus ou moins gréseuse à gypse constituées essentiellement de 21 à 57% de calcite et 26 à 47% de fraction argileuse qui est essentiellement représentée par 3 à 43% de smectite, 1 à 14% de kaolinite, 14 à 33% d'illite, de 4 à 18% de chlorite et de 20 à 66% de palygorskite, accompagnée parfois par des interstratifiés "illite - smectite". En plus de la calcite, les minéraux non argileux présents sont le quartz (3 à 18%), la dolomite (0 à 16%) et du gypse (0 à 20%). Cet assemblage minéralogique caractérise une sédimentation chimique basique, dans un milieu confiné à climat semi-aride (Laffitte, 1939), ce qui coïncide avec le début de l'affaissement du massif, surtout accentué à sa périphérie, et par conséquent l'installation des lagunes favorisant par la suite la transgression burdigalienne, ce qui a conduit à l'envahissement partiel de l'Aurès par la mer.

La combinaison des données du laboratoire ainsi que celles du terrain prouvent que l'attribution de ces formations au Miocène inférieur paraît la plus logique ; en effet ces formations marquent le début d'une phase transgressive, caractérisée par l'abondance relative du matériel détritique (illite, quartz) et un taux élevé de gypse et de la palygorskite au détriment de la smectite indiquant un milieu de sédimentation peu profond et plus au moins ouvert en comparaison avec celui où se sont déposés les dépôts rouges de l'Eocène moyen du synclinal d'El Kantara qui marquent le début d'une phase régressive .

Les observations du terrain ont permis le repérage et le suivi de ces affleurements qui surmontent en légère discordance un faciès détritique, continental, parfois lagunaire du Miocène 01 (Guiraud, 1973) qui repose en discordance plus au moins accentuée sur l'Eocène inférieur ou moyen ou mésozoïque. Vers le Nord-Est de la localité de Hammam Sidi El Hadj,

ces formations rouges sont recouvertes par une dizaine de mètres de marnes jaunes verdâtres, légèrement gypseuses, à lamellibranches, annonçant le début de la généralisation de la transgression burdigalienne.

VI.2.4.4. Miocène moyen-supérieur

Le Miocène 3 est caractérisé, dès sa base, par la généralisation de la transgression, déjà amorcée au sommet du Miocène 2, qui est marquée par des formations carbonatées discordantes sur leur substratum, au niveau des bordures des bassins et au cœur des massifs avoisinants.

Dans la région d'étude (El Outaya « bled Salaouine, Guedila », Djammorah, Sabaa magataa) le Miocène 3 correspond à une puissante série de marnes gris-bleutés à verdâtres renfermant une microfaune d'âge Langhien à Tortonien surmontant une dalle de calcaire à algues, oursins et polypiers et des conglomérats de base. D'après Guiraud, (1973), cette dalle, dont on observe de nombreux témoins, a dû recouvrir initialement la presque totalité de la région, fossilisant ainsi une surface d'érosion au-dessus de laquelle ne subsistaient que de très rares reliefs. Il y a lieu aussi, de signaler que dans les gorges de l'oued Djammorah, ainsi que dans divers chainons de la terminaison sud occidentale du massif de l'Aurès, le miocène 3 comporte à sa base et sur plusieurs dizaines de mètres d'épaisseur, des alternances de niveaux conglomératiques et de Lumachelles, ce qui traduit l'instabilité épisodique de la région en question. Aux environs de Guedila et Djammorah, le miocène 3 est recouvert par le Miocène 4, constitué par une série marneuse, brune qui évolue en série marneuse rouge et très gypseuse annonçant ainsi le facies évaporitiques du miocène terminal de Branis. Seules les formations marneuses marines, sont ciblées dans la présente étude à savoir la série verte de la partie sommitale du Miocène 3 ainsi que la série brune de la partie basale du Miocène 4.

Les analyses effectuées sur les formations marneuses vertes de la partie sommitale du Miocène 3, ont montré que ces formations sont des argiles marneuses constituées de 41 à 73% de fraction argileuse représentée, essentiellement de 32% à 66% de smectite, de 6% à 29% de kaolinite, de 5% à 16% d'illite et de 9% à 28% de chlorite, accompagné parfois par des traces de Palygorskite et des interstratifiés "illite - smectite". Les minéraux non argileux présents sont représentés par du quartz (14% à 25%), de la calcite (9% à 26%), de la dolomite (2% à 7%) et du gypse (0% à 18%). À partir des résultats tirés de différentes analyses, on remarque que ces formations sont des argiles marines légèrement marneuses dont l'assemblage minéralogique est caractérisé par l'abondance de la smectite (beidellite)

accompagnée du matériel détritique (quartz), et que la présence des traces de palygorskite est limitée en bordures Sud-Est et aux piémonts des massifs environnants.

Les données de terrains ont montré aussi que ces formations se présentent comme un remplissage des dépressions dans les zones à basses altitudes. Par contre, les assises adjacentes représentées par la dalle de calcaires à Polypiers et à Algues, affleure même sur des crêtes de quelques reliefs, comme le prouve les nombreux témoins observés à l'Est du synclinal d'El Kantara, au niveau du Dj. Nador, Dj. Kroucha et Dj. Haouidja. Par conséquent, on déduit que la transgression amorcée au sommet du Miocène 2 (inferieur), caractérisée par des facies lagunaires a été généralisée dès la base du miocène 3, qui est marqué sur les bordures des bassins comme au cœur de la plupart des massifs environnants par des formations carbonatées discordantes sur leur substratum. Au niveau des dépressions et des petits bassins (Bled Salaouine, Branis, Djammarah), ces formations carbonatées sont succédées par une puissante série marneuse gris verdâtre à Huitres, ce qui confirme l'amorcement d'une forte subsidence au cours de cette période dont la conséquence est un abaissement du niveau de la mer et l'émergence des massifs environnants qui étaient recouverts par la mer à la base du miocène 3.

Les analyses effectuées sur les formations de la série brune, de la partie basale du Miocène 4 qui surmonte la série précédente du miocène 3, ont révélé qu'il s'agit des formations argileuses constituées de 62 à 71% de fraction argileuse représentée essentiellement de 11% à 42% de smectite, de 14% à 25% de kaolinite, de 11% à 20% d'illite, de 0% à 19% de chlorite et de 6% à 22% de Palygorskite accompagnée parfois par et des interstratifiés "illite - smectite" et "smectite - chlorite". Les minéraux non argileux présents sont du quartz (14% à 18%), de la calcite (11% à 14%), et des traces de dolomite et du gypse qui se présente parfois sous formes de nids, de paillettes et de petits filonnets. Le taux de la Palygorskite et du gypse croît en allant du centre du bassin vers sa bordure Est et de la base vers le toit de la série. Sur terrain, cette série, rencontrée dans la partie Est du bassin d'El Outaya est caractérisée par une diversité latérale de facies. Elle devient vers l'Est et au Sud – Est de Branis à dominance gypseuse où les facies évaporitiques envahissent presque toute la série. Sur la base de ces données, on peut déduire que cette séquence qui représente une phase régressive progressive de la mer, elle est composée d'un facies marin (formé sous une faible tranche d'eau) qui devient progressivement lagunaire, puis continentale vers l'Est surtout que la série est encaissée entre les argiles marines du miocène 3 et le facies continentale du Mio - pliocène.

VI.2.4.5. Le Miocène Supérieur

Les résultats des différentes analyses effectuées sur les formations argileuses de couleur rouge d'âge miocène supérieur ont révélé que ce sont des argiles marno-gréseuses très gypseuses et dont la fraction fine est dominée par la palygorskite avec une prédominance qui croît en direction de la bordure méridionale du synclinal de Rhassira.

La combinaison de ces données minéralogiques ainsi que celles du terrain, ont permis de déduire que ces dépôts sont des dépôts laguno-continentaux, qui passent latéralement et progressivement vers le sud à des dépôts continentaux.

VI.2.5. Paléogéographie du secteur d'étude

La chronologie des événements paléogéographiques qui se sont manifestées dans la région d'étude (Guiraud, 1975 ; Laffitte, 1939) font partie de l'histoire des Aurès (Atlas Saharien oriental) ; cependant, comme seules les formations cénozoïques (Paléogène, Néogène) qui sont concernées par cette étude, nous nous n'intéresserons ici, qu'à la reconstitution paléogéographique de ces dernières au cours de ces périodes (**Fig.102 et Fig. 103**). Pendant l'Eocène inférieur, l'Aurès était recouvert par une mer peu profonde.

Cependant, au cours de l'Eocène moyen (Lutétien), une surrection importante (phase atlasique) s'est manifestée dans toute la région, conduisant à l'installation de conditions confinées, favorisant principalement la formation de dépôts lagunaires à gypse. La poursuite de cette surrection a permis, par la suite, le retrait de la mer de toute la région (régression complète) donnant place à des dépôts continentaux à l'Eocène supérieur et à l'Oligocène. Après cette longue période continentale, pendant laquelle, les reliefs liés à la phase de surrection précédente ont pu être pénéplaines suite à une phase très importante d'érosion, on assiste à la base du Miocène inférieur au retour de la mer dans l'Aurès suite à un affaissement du massif qui s'est produit d'une façon accentuée, surtout à sa périphérie, favorisant la transgression burdigalienne. Cette transgression, amorcée au sommet du miocène 2 (inférieur), caractérisée par des facies lagunaires a été généralisée dès la base du miocène 3 qui est marqué sur les bordures des bassins comme au cœur de la plus part des massifs environnants par des formations carbonatées discordantes sur leur substratum. Au niveau des dépressions et des petits bassins (Bled Salaouine, Branis, Djammarah), ces formations carbonatées sont succédées par une puissante série marneuse gris verdâtre à Huitres, ce qui confirme l'amorcement d'une forte subsidence au cours de cette période, dont la conséquence est un abaissement du niveau de la mer et l'émergence des massifs environnants qui étaient

recouverts par la mer à la base du miocène 3. À la fin du Miocène moyen et à la base du Miocène supérieur, de nouveaux mouvements épirogéniques verticaux se sont produits, provoquant ainsi le retrait progressive de la mer de l'intérieur du massif qui se traduit par l'apparition de faciès lagunaire puis continental vers la bordure méridionale du massif.

Conclusion

L'analyse des assemblages argileux a permis de reconstituer localement les milieux de dépôts et la confirmation des travaux antérieurs

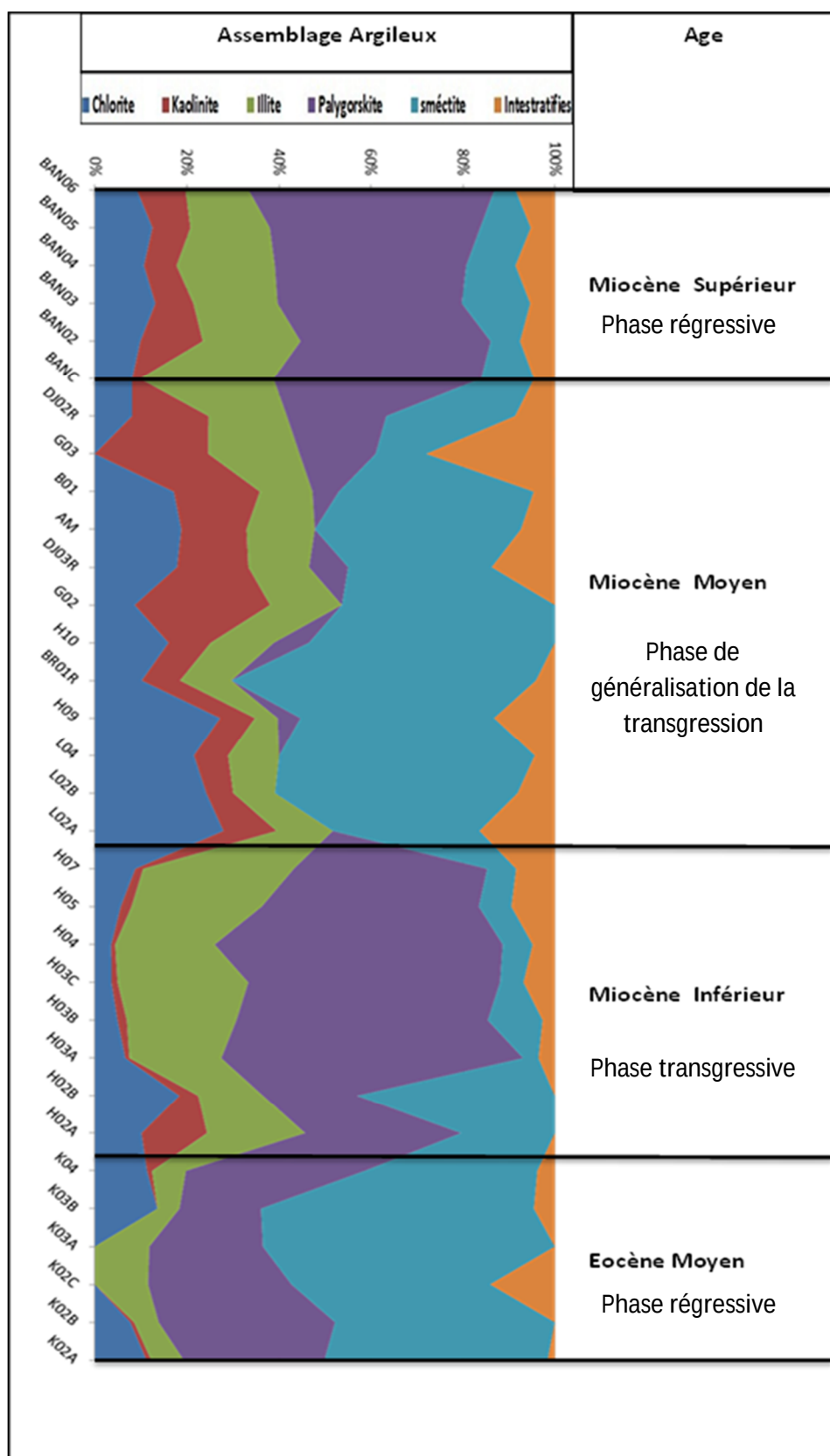


Fig.102. Évolution des assemblages argileux (de L'Eocène moyen au Miocène supérieur).

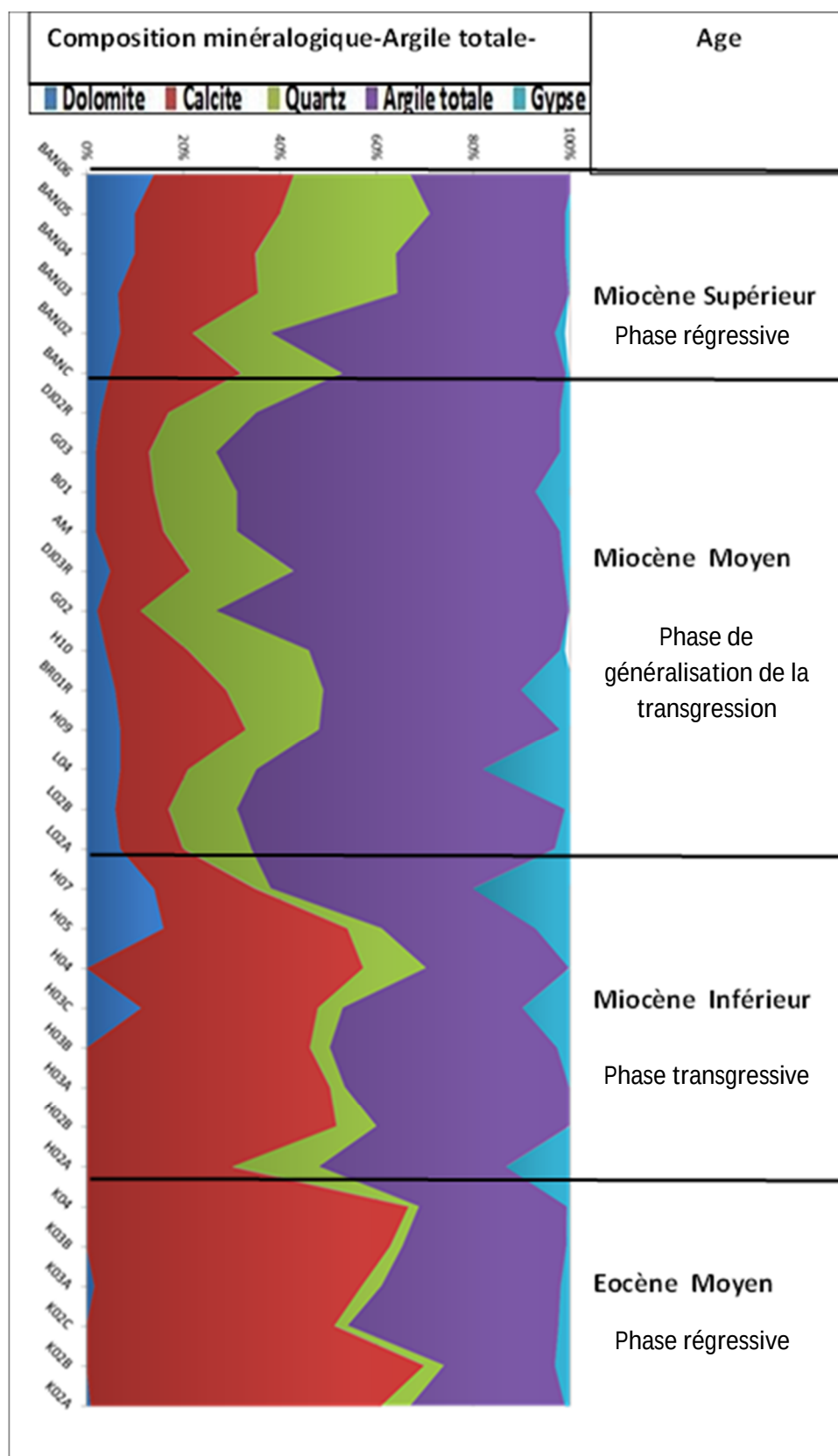


Fig.103. Évolution de la composition minéralogique totale des argiles (de l'Eocène moyen au Miocène supérieur)



VII. CONCLUSION GENERALE

VII. Conclusion générale

Ce présent travail, qui s'inscrit dans le cadre de la valorisation des substances minérales locales, concerne la caractérisation des formations argileuses du versant sud du massif de l'Aurès en vue de tester leur aptitude pour une éventuelle utilisation.

Les différents essais de caractérisation sont venus concordantes entre eux et ayant permis de regrouper les échantillons analysés en quatre groupes, en plus de la couche de palygorskite de Rhoufi.

- Le premier groupe englobe les formations marneuses d'âge miocène inférieur avec un taux moyen de fraction fine (40%), dont le minéral argileux le plus dominant est la palygorskite accompagné essentiellement d'illite.
- Le deuxième groupe renferme les argiles d'âge Miocène moyen, caractérisées par l'abondance de la fraction fine qui peut atteindre les 70%, dominée par la smectite (type beidellite).
- Le troisième groupe, renferme les argiles marno-gréseuses du Miocène supérieur qui sont caractérisées par un taux variable de fraction fine et qui varie entre 28 et 59%. Elle est principalement représentée par la palygorskite accompagnée de l'illite, chlorite et smectite.
- Le dernier groupe, regroupe les formations marneuses d'âge éocène moyen, caractérisées par une faible proportion de la fraction fine qui est de l'ordre de 35% et représentée principalement par de la smectite et de la palygorskite.

Les résultats de caractérisation ont permis de retenir les formations argileuses du Miocène moyen et la couche de palygorskite de Rhoufi comme matière argileuse susceptible d'être valorisée.

Les essais d'adsorption du cuivre effectués sur les argiles du miocène moyen et la palygorskite de Rhoufi ont montré que la cinétique de fixation est très rapide et que ces argiles ont un pouvoir adsorbant très performant. En tenant compte du temps record de contact et la quantité très élevée de cuivre adsorbé, estimée à 11,3 mg par 100 mg d'argile brute. Cependant, et en comparaison avec les travaux antérieurs, effectués sur des argiles de type smectite (bentonite), un prétraitement, soit par activation ou par purification, est recommandé afin d'améliorer les capacités d'adsorption de cette argile brute.

La comparaison des propriétés minéralogiques et physico chimiques des argiles du miocène moyen du bassin d'El Outaya, avec celles exigées pour l'utilisation des matériaux argileux, comme barrières argileuses ouvragées pour les centres d'enfouissement technique

(C.E.T.) a révélé que ces dernières, répondent clairement à ces critères et exigences et par conséquent, peuvent être utilisées dans ce domaine.

L'essai de valorisation de ces argiles brutes dans le domaine des matériaux de construction, et surtout pour la fabrication des briques, selon le diagramme de Winkler, a donné un résultat plus au moins acceptable pour la confection des briques pleines pour les argiles gréseuses du miocène moyen sommital affleurant en bordure Est du bassin d'El Outaya. Tandis que le résultat de leur aptitude dans la fabrication des briques creuses, les plus commercialisées dans le marché algérien, paraît négatif en raison de leur forte plasticité. Par conséquent, leur utilisation reste subordonnée à un traitement préalable par ajout d'un dégraissant.

Enfin, l'analyse des assemblages argileux a permis de reconstituer localement les milieux de dépôts et la confirmation des travaux antérieurs.

Recommandations

Comme cette présente étude, dont le thème était orienté vers une reconnaissance générale des formations argileuses (géologie, minéralogie et géochimie), de l'ensemble des formations argileuses du versant sud des Aurès ; ainsi et pour une meilleure exploitation de nos résultats et conclusions, une étude ciblée, portant sur les propriétés rhéologiques de ces argiles est recommandée en vue de leur valorisation comme boue de forage ou pour d'autres utilisations.

A decorative blue scroll frame with a vertical bar on the left and a horizontal bar at the bottom, featuring ornate scrollwork at the corners.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Bailey, S., (1980): Structures of clay minerals. Pp. 1-123 in: Crystal Structures of Clay Minerals and their X ray Identification (G. Brindley & G. Brown, editors).Mineralogical Society, London.

Beauchamp, J., (2005) : Les argiles, université de Picardie JULES Vernes.

Boudjema , A., (1987) : Évolution structurale du bassin pétrolier « triasique » du Sahara nord oriental (Algérie). Thèse Univ. Paris-Sud, 281 p.

Bouras , O., (1992) : Synthèse et caractérisation des montmorillonites pontées à base de bentonites algériennes, thèse de magister, Institut de Chimie Industrielle, Université de Blida (Algérie).

Bradley, W.F., (1940): The structura scheme of attapulgite .Amer.Min, 25, PP204-205.

BRGM, (1989) : memento roches et minéraux industriels (les palygorskites et sépiolites .GEO SGN 89 P.50.

Brunauer, S., Emmett ; P.H., Teller, E.,(1938) : Adsorption of gases in multimolecular layers. Journal of the American Chemical Society, 60: 309-319.

Busson ,G., (1970) : Le mésozoïque saharien : Essai de synthèse des donnés des sondages Algéro-Tunisiens. C.R.Z.A. Série Géol. N°11, Ed. CNRS, Paris. 810p.

Caillère, S ; Henin, S ; Rautureau. M., (1989) : Les argiles édition SEPTIMA .Paris, 126p

Caillère, S ; Henin, S et Rautureau M., (1982) : Minéralogie des argiles édition MASSON .Paris, 186p.

Caillère, S ; Henin, S et Rautureau M., (1982) : Minéralogie des argiles. Structures et propriétés physico-chimiques. Masson.

Caire, A., (1971) : Chaîne alpines de la Méditerranée centrale (Algérie et Tunisie septentrionales, Sicile, Calabre et Apennin méridional).Tectonique de l'Afrique Science de la Terre,6,Unesco,Paris

Chebbah, M., (2007) : Lithostratigraphie, Sédimentologie et Modèles de Bassins des dépôts néogènes de la région de Biskra, de part et d'autre de l'Accident Sud Atlasique (Zibans, Algérie). Thèse de l'université Mantouri, Constantine 479 p.

Chen, G., Pan, J., Han, B., Yan, H., (1999): Adsorption of méthylène blue on montmorillonite . Journal of Dispersion Science and Technology, 20(4): 1179-1187.

Cook, H. E., Johnson, P. P. D., Matti, J. C. & Zemmels I., (1975): Methods of sample preparation and x-ray diffraction data analysis, X-ray mineralogy laboratory. pp. 999 -1007. In: Init. Repts. DSDP (Hayes D. E., Frakes L. A. et al.), 28. Washington (U.S. Govt. Printing Office).

D.E.M.R.H., (1980) : Carte hydrogéologique de Biskra au 1/200 000, service hydrogéologie.

Djaiz ,F., (2011) : Le Bassin néogène de Timgad : Étude Sédimentaire et Tectonique (Algérie nord-orientale) thèse de doctorat, Université de Batna ,p275

El Ouahabi, M., (2013) : Valorisation industrielle artisanale des argiles du Maroc thèse de doct. Univ. Liège P.202.

ENDMC, (1990) : Rapport géologique sur l'aptitude des argiles à la fabrication de briques – briqueterie Branis (w.de Biskra), P164.

Eslinger and Peaver, (1988): Clay Minerals for petroleum geologists and engineers, SEPM Short course 22. Soc. Economic paleontologists and mineralogists, Tulsa, USA.

Fagel, N., Boes. X., (2008): Clay-mineral record in Lake Baikal sediments: The Holocene and Late Glacial transition. *Paleogeography Paleoclimatology Paleoecology* 259(2-3): 230-243

Fagel, N., Boski T., Likhoshway L. & Oberhaensli H., (2003): Late Quaternary clay Mineral record in Central Lake Baikal (Academician Ridge, Siberia). *Paleogeography, Paleoclimatology, Paleoecology*, 193, 159–179.

Fagel ,N., C. Robert, M. Preda, J. Thorez, (2001):Smectite composition as a tracer of deep circulation: the case of the Northern North Atlantic Marine Geology 172 (2001) 309-330.

Fagel, N., (2015) :" Cours Géologie des argiles ", Département Géologie, Université de Liège. Belgique.

Ferrière, De .F., (1961): Étude des minéraux argileux des sols du périmètre synclinal d'irrigation de Montbreton à Pessac-sur-Dordogne.bull.Ass.Fr; El. Sol.

Gilbert, F. D., (2004): Méthode Utilisée Pour la Détermination de la Surface Spécifique d'un Sol, Utilisation d'un Spectrophotomètre. Section géotechnique, génie civil, Université Laval, Dossier technique 10.

Golden, D.C., Dixon J. B., Shadfan. H. AND Kippenberger .L. A., (1985): palygorskite and Sepiolite Alteration to Smectite under alkaline conditions. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 33, No. I, 44-50.

Golden, D. C., Dixon J. B. (1990): Low temperature alteration of palygorskite to smectite. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 38, No. 4, 401-408.

Grim, R.E. et Vernet J.P., (1962) : Étude par diffraction des minéraux argileux de vases méditerranéennes .Min. petrog. Mitt

Guiraud, R., (1975) : Notice explicative de la carte géologique au 1/50 000, service géologique de l'Algérie.

Guiraud, R., (1973) : Évolution post-triasique de l'avant pays de la chaîne Alpine en Algérie, d'après l'étude du bassin du Hodna et des régions voisines .Thèse Sci. Univ. Nice, 270p

- Guiraud, R., (1990)** : Évolution post-triasique de l'avant pays de la chaîne Alpine en Algérie, d'après l'étude du bassin du Hodna et des régions voisines .Bulletin de l'ONG, Alger; 259p
- Hamel, A., (2009)** : Hydrogéologie des systèmes aquifères en pays montagneux à climat semi-aride -cas de la vallée d'Oued El Abiod- (Aurès). Université de Constantine, Mémoire de Magister.P231
- Holtzapffel, T., (1985)** : Les Minéraux Argileux : Préparation, Analyse diffractométrique et détermination, pp. 77-109. Société Géologique du Nord, France. Publication n°12
- Khalfaoui, A., Hajjaji, M., (2009)**: A Chloritic-illitic clay from Morocco: Temperature-time-transformation and néoformation: Applied Clay Science, v.45, no. 1-2, p. 83-89.
- Kornmann, M., (2005)** : Matériaux de construction en terre cuite: Fabrication et propriétés, Paris, Genève, p. 42–37.
- Kühnel, R.A., (1990)**: The modern days of clays. Appl. Clay Sc., 5(2), 135-143
- Laffitte, R., (1939)** : Étude Géologique de l'Aurès .Bull. Serv. Carte géol. Algérie, 2ème sér ; stratigr. Région N°15,484p.
- Lamouri, B., (2008)** : étude géologique, géochimique et minéralogique de l'indice d'attapulgit dans la région de Rhoufi (W. Batna), Univ .Annaba, Mémoire de Magister.
- Lee, S. Y., Dixon, J. B., and Aba-Husayn, M. M., (1983)**: Mineralogy of Saudi Arabian soils: Eastern Region: *Soil Sci. Soc. Amer. J.*, 47, 321-326.
- Lim, C.H., Jackson, M.L., (1986)**: Expandable phyllosilicate reactions with lithium on heating. *Clays. Clay Miner.* 34, 346-352.
- L.J. Poppe, V.F. Paskevich, J.C. Hathaway, and D.S. Blackwood, (2002)**: A Laboratory Manual for X-Ray Powder Diffraction. U. S. Geological Survey Open-File Report 01-041.
- MacEwan, D.M.G.,(1948)** :les minéraux argileux de quelques sols écossais. *Verres et Silic. industr.* , 13,pp .41-46.
- Martin-Vivaldi, J.L., Roa Ertson, R.H.S., (1971)**: Palygorskite and sepiolite (the hormites). Pp. 255-275. The Electron Optical investigation of Clays (J. A. Gard, editor). Mineralogical Society, London.
- Mazen, S., (2007)** : valorisation des sédiments fluviaux pollués après inertage dans la brique cuite école centrale de Lille thèse de doc P.155.
- MBuyi, J.S., (2012)** : Caractérisation et mise en valeur des sols argileux destinés aux matériaux de construction cuits .École polytechnique de Louvain.
- Meunier, A., (2003)** : Argiles laboratoire hydrasa UMR CNRS 6553, Univ de Poitiers.

Millot, G., (1964) : Géologie des argiles : Altération, sédimentologie, géochimie. Ed. Masson et Cie, Paris, 499 p.

Moore, D. M. & Reynolds R. C., (1989): X-Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals. Oxford University Press, Oxford, 332p.

Morel, R., (1996) : les sols cultivés. Lavoisier, Paris.

Muir, (1951):Notes on the soils of Syria .journal .Soil science, 2, pp.163-181.

Murray, H.H., (1991): Overview-clay mineral applications. Applied Clay Science, 5, 379-395.

Murray, H. H., (2000): Traditional and new applications for kaolin, Smectite, and Palygorskite: a general Overview: Applied Clay Science, V. 17, N°. 5-6, pp. 207–221.

O.W.D.,(2000) :Manuel relatif aux matières naturelles pour barrières argileuses ouvragées pour C.E.T. (centres d'enfouissement technique) et réhabilitation de dépotoirs en Région wallonne.

ORGM, (1970) : Notice explicative de la carte géologique au 1/50.000, de la région de Menaâ-W de Batna, 81p.

ORGM, (2000) : Rapport final sur les travaux de prospection des argiles (Attapulgit, Ghassoul et Trôna) dans le NE Algérien ,72p.

Pedro, G.,(1984) :La genèse des argiles pédologiques. Ses implications minéralogiques physico-chimiques et hydriques .Bull. Sc. Géol., Strasbourg. 37(4),333-347.

Paquet .H.,(967): Les montmorillonites des vertisols. Altération alcaline en milieu tropical. Bull. Serv. Carte Als. -Lorraine ,20.293-306.

.Robertson, R.H.S., (1960): Mineral use guide, Cleaver-Hume Press, London,

Santamarina, J.C ; Klein, Y.H, Prencke, E., (2002) : Spécifie Surface: Détermination and Relevance. Canadian Géotechnique Journal, 39: 233-241.

Sokolar, R., and Vodova, L., (2011): The effect of fluidized fly ash on the properties of 551,dry pressed ceramic tiles based on fly ash–clay body: Ceramics International, v. 37, no. 7, p. 2879-2885.

Strazzera, B., Dondi, M., and Marsigli, M., (1997): Composition and ceramic properties of tertiary clays from southern Sardinia (Italy): Applied Clay Science, v. 12, no. 3, p. 247-266.

Thorez, J., (1986): Argillogenesis and the hydrolysis index. Mineralogica et Petrographica Acta, 29, 313–338.

Thorez, J., (2000):Cation-satured swelling physils: an XRD revisitation. pp. 71-85 in: Proceedings of the First Latin-American Clay Conference (C.F. Gomes, editor). Associacao Portuguesa de Argilas, Madeira.

Thorez, J., (2003) :L'argile, minéral, pluriel. Bull. de société royale des sciences de Liège, Vol. 72, 1, pp. 19-70.

Valencia, F.,(2008) : caractérisation des particules fines d'un matériau granulaire de fondation par l'essai au bleu de méthylène, thèse univ, Laval.

Velde, B., (1995): Origin and mineralogy of clays .clays and the environment Springer, Berlin, 334p.

Wetshondo Osomba, D., (2012) : Caractérisation et valorisation des matériaux argileux de la Province de Kinshasa (RD Congo): Liège.

White, (1999): Principles and practice of soil science. The soil as a natural resource. Blackwell.

Yaalon, (1955): clay and some non-carbonate minerals in limestones and associated soils of Israel .Bull. Res. Coune, 5B, 2, Sect. B, pp.161-173.

Yukselen, Y., Kaya, A., (2006): Comparison of methods for determining spécifique surface Area of soils. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering. 132(7): 931-936.

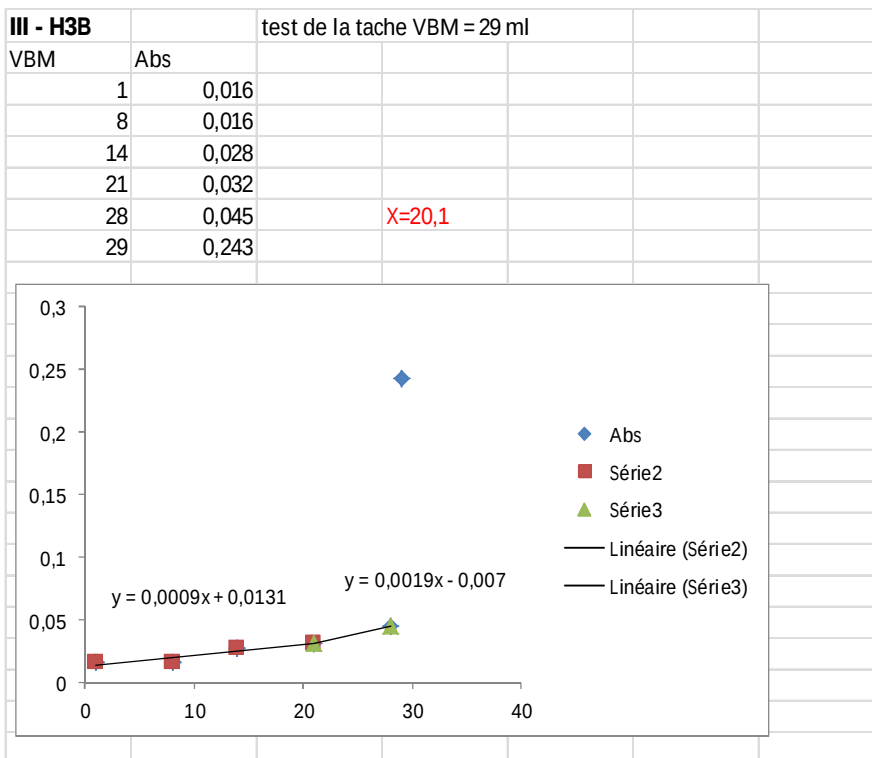
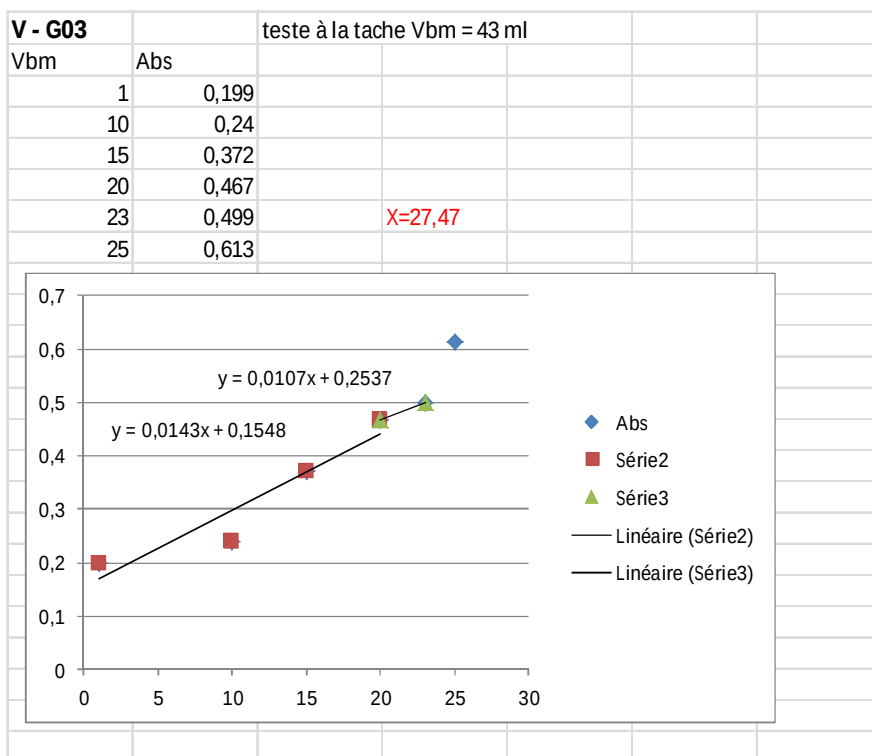


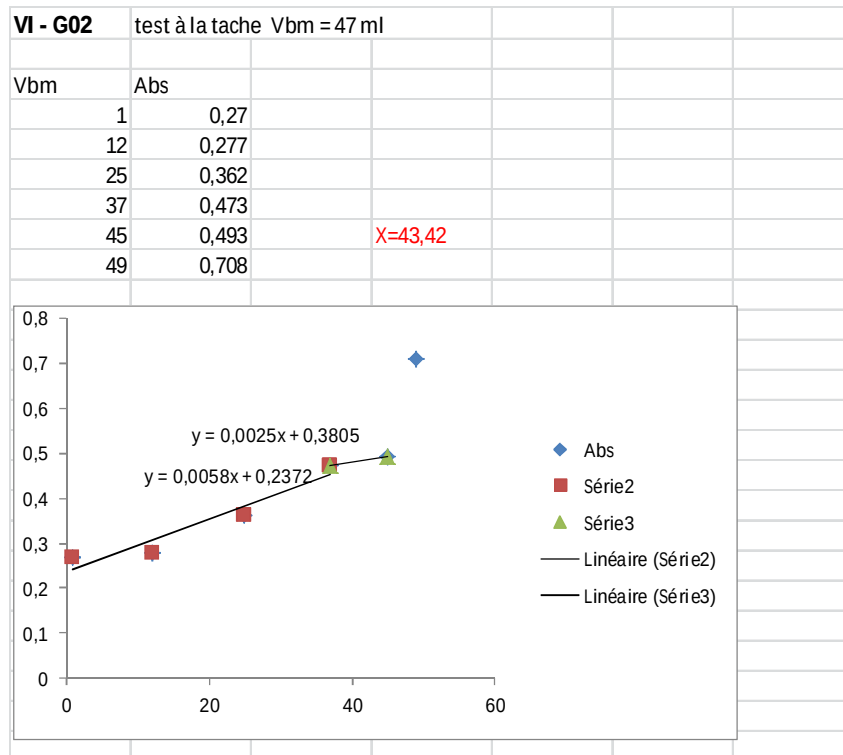
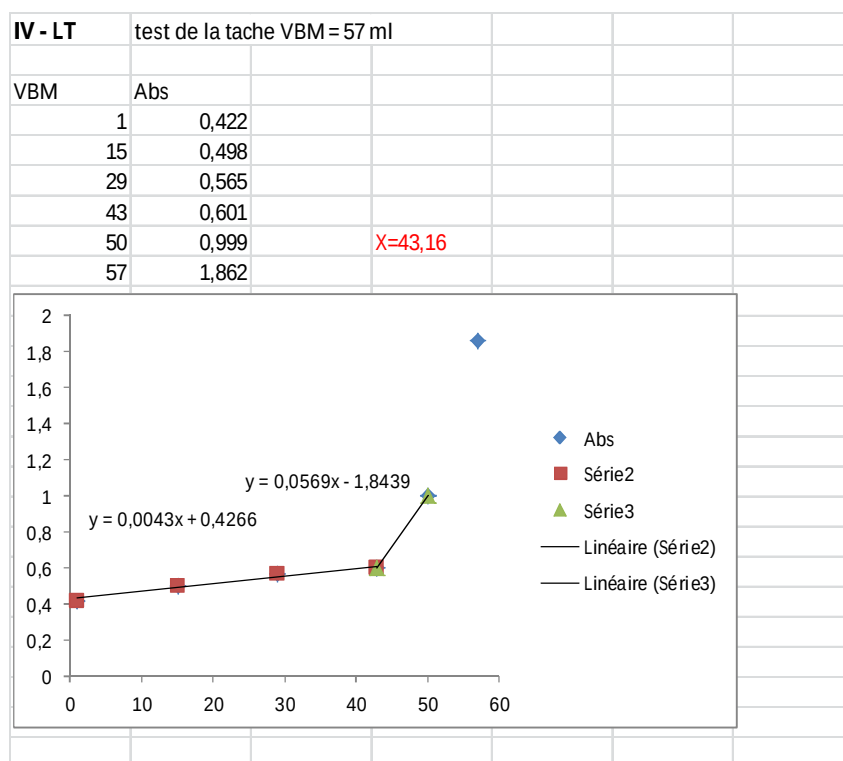
Annexes

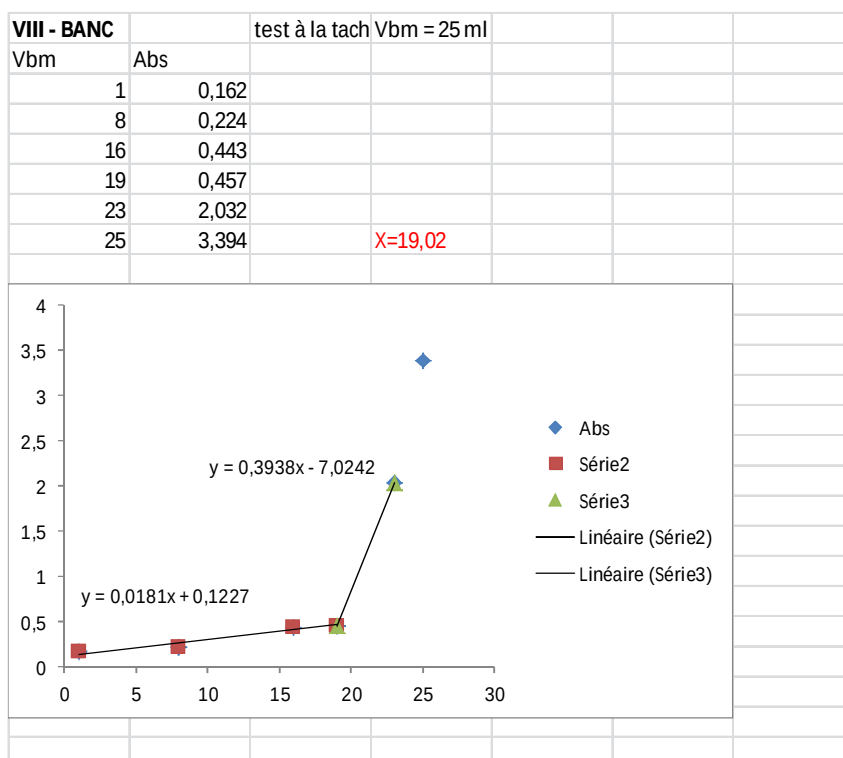
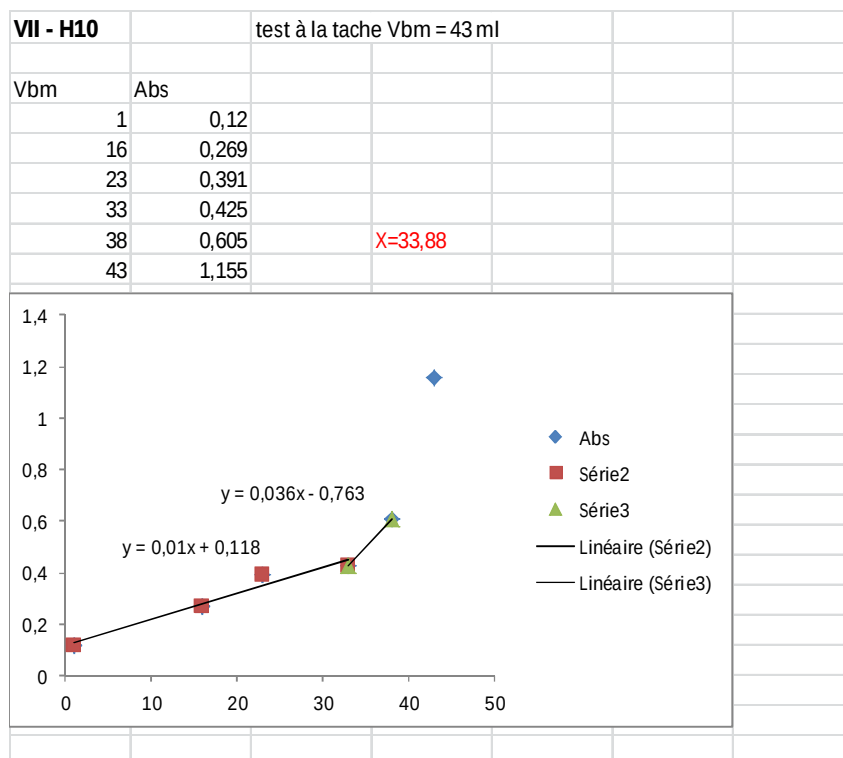
Méthode de calcul de la CEC

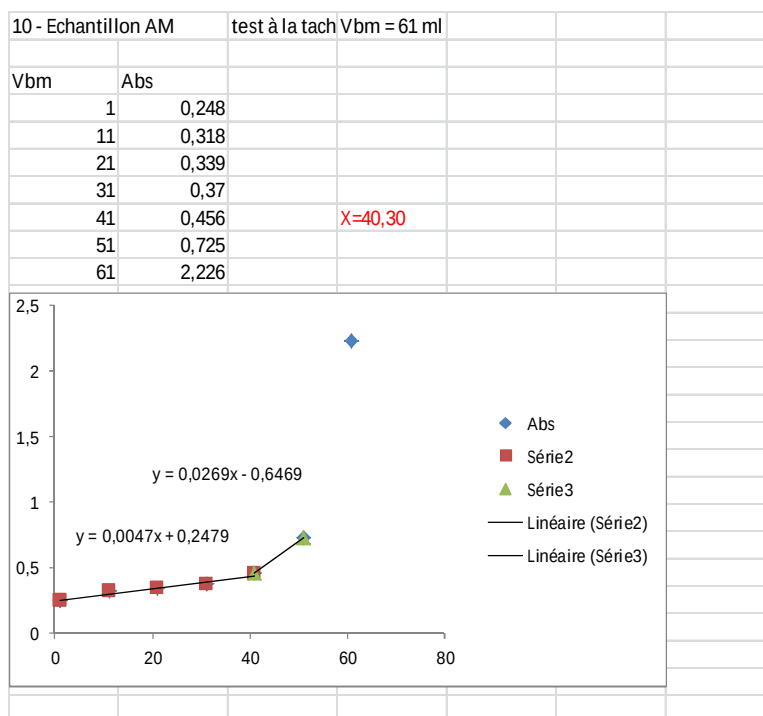
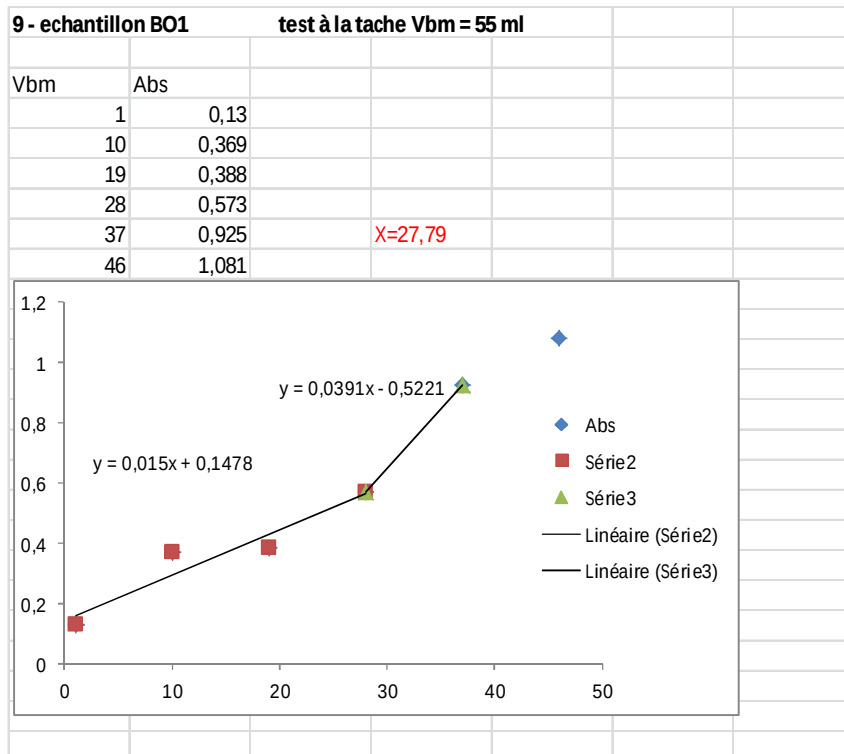
ec	HCL	PRDUIT 0,01	MASSE	PRDUIT 0,01/MASSE
1	3,1	0,031	0,1312	23,62804878
2	1,76	0,0176	0,1481	11,88386226
3	1,87	0,0187	0,1352	13,83136095
4	4,31	0,0431	0,1445	29,82698962
5	2,91	0,0291	0,1337	21,76514585
6	5,04	0,0504	0,1431	35,22012579
7	3,92	0,0392	0,1342	29,21013413
8	0,98	0,0098	0,132	7,424242424
9	5,04	0,0504	0,1336	37,7245509
10	1,02	0,0102	0,1424	7,162921348
11	4,06	0,0406	0,1375	29,52727273
12	5,09	0,0509	0,1374	37,04512373
60	4,98	0,0498	0,1347	36,97104677
100	0,88	0,0088	0,1416	6,214689266

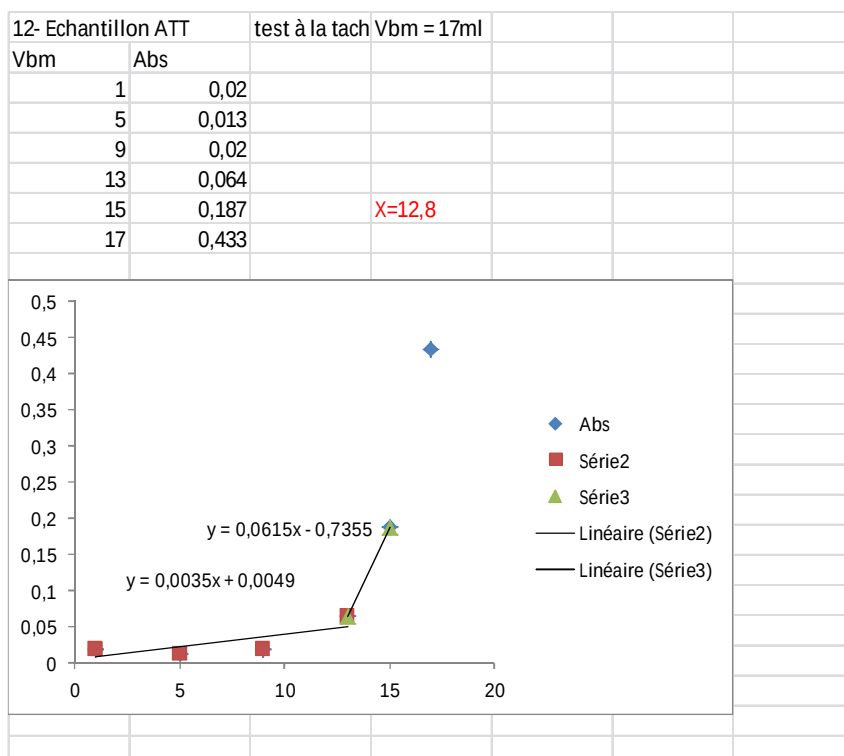
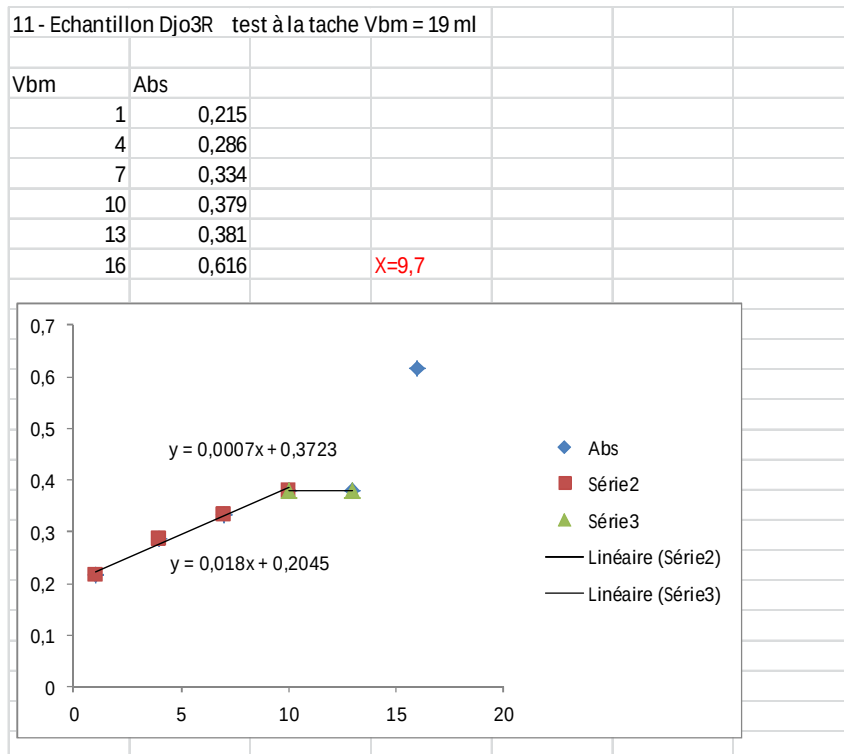
Méthode de calcul de la surface spécifique











Résultat de calcul de la surface spécifique

ech	Vbm(ml)	X	VB/M	SS
ATT	17	12,8	2,72	57
Djo3R	19	9,7	1,94	41
AM	61	40,3	8,06	169
BO1	55	27,79	5,558	116
BANC	25	19,02	3,804	80
H10	43	33,88	6,776	142
G02	47	43,42	8,684	182
G03	43	27,47	5,494	115
LT	57	43,16	8,632	181
H3B	29	20,1	4,02	84
K8B	9	6,94	1,388	29
K2C	33	23,84	4,768	100

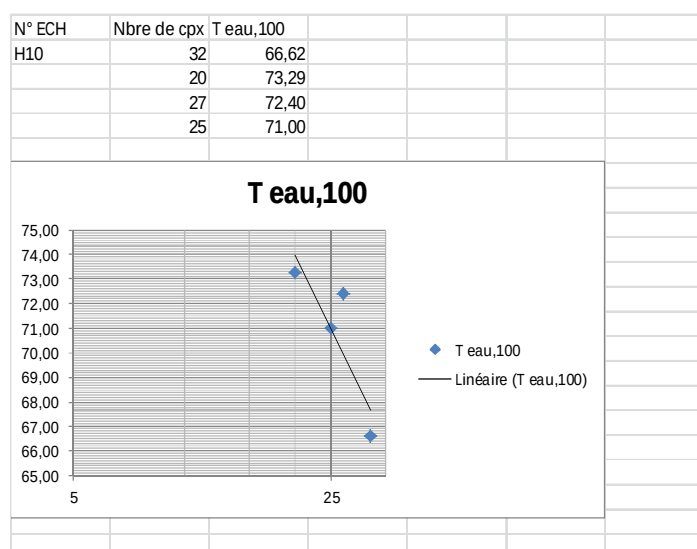
Données de calcul de la limite de plasticité

N° ECH	N° TARE	Ms tare	Mst Humide	Ms T sec	Mst eau	Ms sec	Teneur en eau	T eau,100		TENEUR EN EAU
x	100	2	22	12	10	10	1	100,00		
K2C	62	47,412	48,665	48,47	0,195	1,058	0,184310019	18,43	37,61	18,80
	44	49,704	51,792	51,456	0,336	1,752	0,191780822	19,18		
AM	53	50,712	51,97	51,612	0,358	0,9	0,397777778	39,78	77,57	38,79
	50	47,378	48,541	48,222	0,319	0,844	0,377962085	37,80		
GR4	27	50,021	51,136	50,846	0,29	0,825	0,351515152	35,15	67,54	33,77
	33	48,702	50,108	49,764	0,344	1,062	0,323917137	32,39		
H10	40	50,908	52,38	52,054	0,326	1,146	0,284467714	28,45	57,82	28,91
	54	49,164	50,459	50,165	0,294	1,001	0,293706294	29,37		
BANC	24	49,387	50,511	50,197	0,314	0,81	0,387654321	38,77	75,32	37,66
	64	50,399	51,699	51,351	0,348	0,952	0,365546218	36,55		
LY01	5	49,989	51,12	50,872	0,248	0,883	0,280860702	28,09	83,38	27,79
	38	48,732	49,63	49,441	0,189	0,709	0,266572638	26,66		
	49	48,49	50,417	49,988	0,429	1,498	0,286381842	28,64		
DJ03R	28	41,843	43,488	43,152	0,336	1,309	0,256684492	25,67	25,67	25,67
G05R	41	27,594	28,436	28,224	0,212	0,63	0,336507937	33,65	68,68	34,34
	43	33,637	34,462	34,248	0,214	0,611	0,350245499	35,02		
ATT	42	25,926	27,9	26,886	1,014	0,96	1,05625	105,63	211,98	105,99
	29	26,867	28,328	27,575	0,753	0,708	1,063559322	106,36		
DJALL	3	26,387	27,524	27,27	0,254	0,883	0,287655719	28,77	55,96	27,98
	11	30,333	31,376	31,153	0,223	0,82	0,27195122	27,20		

Données de calcul de la limite de liquidité

N° ECH	N° TARE	Ms tare	Mst Humide	Ms T sec	MsT eau	Ms sec	Teneur en e:	T eau,100
x	100	2	22	12	10	10	1	100,00
		5,143	13,855	11,45	2,405	6,307	0,38132234	38,13
K2C	6	45,383	54,946	52,5	2,446	7,117	0,34368414	34,37
	36	48,073	55,161	53,412	1,749	5,339	0,32758944	32,76
	69	50,054	61,294	58,338	2,956	8,284	0,35683245	35,68
AM	52	50,733	57,532	54,836	2,786	4,073	0,6840167	68,40
	46	48,809	58,423	55,113	4,31	6,304	0,68369289	68,37
	61	48,724	58,827	51,704	2,043	3,06	0,66764706	66,76
G4R	68	48,181	53,959	51,76	2,199	3,579	0,61441744	61,44
	70	48,676	56,132	53,186	2,946	4,51	0,65321508	65,32
	45	49,358	56,707	53,827	2,88	4,469	0,64443947	64,44
	56	46,767	52,359	50,157	2,202	3,39	0,64955752	64,96
H10	66	48,572	55,27	52,592	2,678	4,02	0,66616915	66,62
	30	50,016	56,076	53,513	2,563	3,497	0,73291393	73,29
	60	49,281	55,427	52,846	2,581	3,565	0,72398317	72,40
BANC	51	51,647	57,179	54,504	2,675	2,857	0,93629681	93,63
	23	49,476	55,032	52,279	2,753	2,803	0,98216197	98,22
	16	49,117	55,036	51,843	3,193	2,526	1,26405384	126,41
LY01	48	50,848	57,094	54,783	2,311	3,935	0,58729352	58,73
	47	51,939	57,58	55,495	2,085	3,556	0,58633296	58,63
	4	44,229	49,74	47,666	2,074	3,437	0,60343323	60,34
DJ03	73	49,04	55,153	53,267	1,886	4,227	0,44617932	44,62
	72	49,077	56,435	54,022	2,413	4,945	0,48796764	48,80
	37	49,093	55,506	53,744	1,762	4,651	0,37884326	37,88
G5R	2	42,838	48,495	45,885	2,61	3,047	0,85658024	85,66
	26	26,54	31,327	29,089	2,238	2,549	0,87799137	87,80
	1	33,377	38,592	36,18	2,412	2,803	0,8605066	86,05
ATT	39	30,731	35,207	32,791	2,416	2,06	1,17281553	117,28
	32	37,954	43,123	40,063	3,06	2,109	1,45092461	145,09
	17	29,314	33,846	31,074	2,772	1,76	1,575	157,50
DJAL	34	54,052	58,811	56,845	1,966	2,793	0,70390261	70,39
	31	28,881	35,119	32,468	2,651	3,587	0,73905771	73,91
	21	40,965	46,291	43,992	2,299	3,027	0,75949785	75,95

Exemple de calcul de la limite de liquidité



Les coordonnées des échantillons

Secteur /étage	N° Ech	Coordonnées	
		X	Y
Miocène Supérieur (Baniane)	BANC	228919	3878871
	BAN02	236211	3880606
	BAN03	230746	387753
	BAN04	230310	387733
	BAN05	228089	3875341
	BAN06	227136	387574
Miocène Moyen (El Outaya, Djammarah, Guedila)	L02A	734502	388432
	L02B	734323	3884735
	L04	735198	3883371
	H09	749319	388665
	BR01	750847	3887151
	G02	754994	3885201
	H10	750395	3887125
	DJ03R	759983	3883917
	B01	752831	3883943
	AM	751417	3883778
	G03	754922	3885229
	DJ02R	759695	3885161
Miocène Inferieur (Hammam Sidi el Hadj)	H02A	738883	3888435
	H02B	738983	3888033
	H03A	738630	3886248
	H03C	738382	3885679
	H04	740541	3887475
	H06	743506	3886045
	H07	742516	3885384
Eocène Moyen (El Kantara)	K02A	744897	3900823
	K02B	744657	3900786
	K02C	744627	3900747
	K03A	745208	3900683
	K03C	747202	3900660
	K04	745426	3900024
	K08B	746325	3896531
	K08B2	746675	3896469
Eocène Moyen (Rhoufi)	ATT01	241613	3883319
	ATT02	241061	3881560
	ATT03	241551	3883304